

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 673 149**

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

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.12.2004 E 12006829 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.04.2018 EP 2559775**

54 Título: **Procedimiento para la fabricación 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:

**20.06.2018**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

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

74 Agente/Representante:

**MILTENYI, Peter**

**ES 2 673 149 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 la fabricación de una lámina de acero eléctrico de grano orientado

5 Campo técnico

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

10 Además, la presente invención también se refiere 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 eléctricos 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 la presente invención se refiere a procedimientos de fabricación de las respectivas láminas de acero.

15 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 logra una baja pérdida de hierro significativamente superior formando granos de cristal de manera altamente preferencial en 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 se relacionan directamente con una pérdida de energía de un producto.

25 Además, en una lámina de acero eléctrico, la capacidad de perforación y la trabajabilidad a flexión también son propiedades importantes. Es decir, cuando se forman núcleos de hierro de transformadores y máquinas rotativas, se conforma una lámina de acero eléctrico en una forma predeterminada a través de diversos procesos tales como perforación, cizallamiento y flexión. Además, al pasar una banda de acero a través de una línea de procesamiento en la que se realizan los distintos anteriores, la lámina de acero puede deformarse o similar en algunos casos. Por lo tanto, las propiedades descritas anteriormente son importantes.

35 En general, una lámina de acero eléctrico de grano orientado se fabrica mediante un proceso descrito en el párrafo [0005] de la publicación de solicitud de patente japonesa no examinada 2003-41323 y similares. Es decir, una lámina de acero obtenida por laminación se procesa mediante recocido por recristalización, y después se lleva a cabo un recocido por lotes único denominado recocido final. Mediante este recocido por lotes, se favorece la recristalización secundaria y, como resultado, los granos de cristal en la orientación de Goss se forman de una manera altamente preferencial.

40 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 a alta temperatura un recocido final para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado; por lo tanto, entre las partes de la lámina de acero que está enrollada en forma de bobina se produce adhesión. Con el fin de evitar esta adhesión, 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 revestimiento de forsterita se forma por reacción entre MgO contenido en un separador de recocido y SiO<sub>2</sub> contenido en óxidos formados en una superficie de lámina de acero (sin embargo, en el revestimiento también hay contenido Fe).

50 Este revestimiento de forsterita presenta unas superiores propiedades de separación de recocido y tiene varias características ventajosas para las propiedades de una lámina de acero eléctrico de grano orientado. Por ejemplo, en el revestimiento de forsterita, puede formarse un revestimiento duro (revestimiento de tensión) con una adhesión superior, y aplicando una tensión a una lámina de acero, puede reducirse la pérdida de hierro.

55 Por otra parte, dado que el revestimiento de forsterita es un revestimiento de vidrio duro, una lámina de acero eléctrico de grano orientado que tiene un revestimiento de forsterita es inferior tanto en capacidad de perforación como en trabajabilidad a flexión. Es decir, se han dado problemas en los que un molde de perforación se desgasta en poco tiempo y en los que se forman rebabas en una superficie cortada de una lámina de acero. Además, dado que es probable que se produzca desprendimiento en el proceso de doblado, se requiere una superior resistencia al desprendimiento al doblarse, que evite el desprendimiento incluso cuando se realiza un proceso de doblado o similar después del recocido de alivio de tensiones.

60 Para resolver los problemas descritos anteriormente, por ejemplo, se ha propuesto lo siguiente:

(1) como procedimiento para obtener una lámina de acero eléctrico de grano orientado que tiene una trabajabilidad superior (en el que la trabajabilidad se considera importante), un procedimiento para fabricar una lámina de acero

eléctrico de grano orientado sin formar un revestimiento de forsterita por sí mismo que es 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 al doblarse, lo que evita el desprendimiento incluso si 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 cual se aplica un separador de recocido que no contiene MgO que reacciona con SiO<sub>2</sub> presente en una superficie de lámina de acero después del recocido por recristalización, seguido de recocido final.

Como separadores de recocido compuestos principalmente de un material distinto de MgO, se conoce un separador de recocido compuesto principalmente por alúmina (polvo) descrito en las publicaciones de solicitudes de patente japonesas no examinadas 6-136448, 7-118750 y 5-156362, y un separador de recocido compuesto principalmente de alúmina y/o sílice descrito en las publicaciones de solicitudes de patente japonesas no examinadas 11-61261 y 8-134542. Estos separadores de recocido pueden pulverizarse electrostáticamente sobre una lámina de acero o pueden formarse en una suspensión de agua o una suspensión utilizando un alcohol o similar, seguido de la aplicación a una lámina de acero. Sin embargo, dado que presenta malas propiedades de adhesión a una lámina de acero, los separadores de recocido anteriores son susceptibles de desprenderse mientras se desplazan en una línea de producción después de la aplicación del separador de recocido. Como resultado, por ejemplo, se han dado problemas de 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 contaminación de una línea de producción.

En el documento EP-A-1 279 747 se trata un procedimiento similar para la fabricación de láminas de acero de grano orientado.

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

De acuerdo con esto, hasta ahora, como procedimiento más práctico, se ha llevado a cabo un procedimiento costoso y que lleva mucho tiempo en el que después de formarse, se elimina un revestimiento de forsterita por decapado, pulido químico, pulido electrolítico o similar.

Además, se ha realizado un intento en el cual se fabrica una lámina de acero eléctrico de grano orientado que tiene una fabricabilidad superior sin utilizar un separador de recocido. Por ejemplo, en la publicación de la solicitud de patente japonesa no examinada 2000-129356 se ha propuesto una técnica en la que los granos de cristal en la orientación de Goss se recristalizan secundariamente en un sistema de composición que no contiene elementos formadores de inhibidores, y también se ha descrito que, mediante este procedimiento, se reduce la 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, la adhesión entre láminas de acero no puede evitarse totalmente a dicha temperatura, y ha habido problemas en vista de una producción estable.

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

En la publicación anterior se describe que, cuando puede producirse una adhesión entre láminas de acero en el primer recocido por lotes, puede aplicarse un separador de recocido. Sin embargo, cuando se utiliza un separador de recocido compuesto principalmente de MgO en el primer recocido por lotes después del recocido por recristalización, la formación de un revestimiento de forsterita en el segundo recocido por lotes se ve negativamente

5 influenciada y, como resultado, se vuelve muy difícil obtener unas propiedades de revestimiento superiores. Además, de acuerdo con el procedimiento descrito en la anterior publicación de solicitud de patente japonesa no examinada 2003-41323, aunque la descarburización se realiza preferiblemente después del primer recocido por lotes, un revestimiento tal como un revestimiento de forsterita interfiere de manera desventajosa con la descarburización.

Por otra parte, cuando se intenta realizar el primer recocido por lotes sin utilizar un separador de recocido compuesto principalmente de MgO, pueden darse varios problemas similares a los del punto (1) anterior.

10 Descripción de la invención

[Problemas a resolver por la invención]

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

20 Además, la presente invención se refiere a un procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado, que se utiliza de manera adecuada como material de núcleo de hierro de transformadores y máquinas rotativas, utilizando el separador de recocido anterior. En particular, la presente invención propone un procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado que tiene un revestimiento de forsterita con propiedades de revestimiento superiores y una lámina de acero eléctrico de grano orientado que tiene una trabajabilidad superior sin ningún revestimiento de forsterita.

[Medios para resolver los problemas]

30 (4) Procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado que no tiene revestimiento de forsterita

La presente invención propone un procedimiento tal como se define en la reivindicación 1. En las reivindicaciones dependientes se incluyen realizaciones preferidas.

35 Además, el procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado puede comprender una etapa de realizar laminado en caliente de un bloque formado de acero fundido que tiene una composición en la que el contenido de C es un 0,08 por ciento en masa o menos, el contenido de Si entre un 2,0 y un 8,0 por ciento en masa, el contenido de Mn es entre un 0,005 y un 1,0 por ciento en masa, el contenido de Al se reduce a 150 ppm o menos, y los contenidos de N, S y se reducen a 50 ppm o menos, una etapa de realizar después laminado en frío una vez, o dos, o más con recocido intermedio realizado entre las mismas, para obtener una lámina de acero que tiene un grosor final de lámina, una etapa de realizar después un recocido por recristalización y una etapa de realizar el recocido final de acuerdo con el procedimiento de recocido descrito en el punto (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.

45 En esta realización preferible de la presente invención, es preferible que el separador de recocido esté compuesto por un compuesto de Al y un compuesto de Si como componente principal, que la relación del compuesto de Al con el compuesto de Si calculada 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 presente una viscosidad de 25 mPa·s o menos y sea en forma de solución o solución coloidal.

50 Preferiblemente se utiliza agua como disolvente 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 ácido orgánico y un producto deshidratado (incluyendo un producto parcialmente deshidratado) de un compuesto de Al que tiene un grupo hidroxilo y un grupo 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.

60 La presente invención prevé preferiblemente un recocido de la 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 recubierta con el separador de recocido, donde el separador de recocido comprende un compuesto de Al en forma de solución o solución coloidal y comprende, además, 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 de entre un 40 y un 95 por ciento en masa en términos de proporción de componentes sólidos representados por la siguiente ecuación (2), y la viscosidad del separador de recocido es de 25 mPa·s o menos.

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

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

10

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 .....  $BaO$ .

15

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.

20

Mejor modo para llevar a cabo la invención

A través de una investigación exhaustiva que llevaron a cabo los inventores de la presente invención en un separador de recocido que tiene superiores propiedades de aplicación y propiedades de adhesión 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, pueden resolverse los problemas descritos anteriormente. Además, los inventores de la presente invención también encontraron una viscosidad preferible del separador de recocido, una relación de componente sólido preferible del compuesto de Al, y una cantidad preferible del separador de recocido aplicado a una lámina de acero. A continuación, se describirán experimentos realizados para preparar la presente invención.

30

<Experimento 1>

Se fabricó un bloque de acero por colada continua de una composición de componentes en la que había contenido 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, el bloque de acero se procesó por laminado en frío una vez, o dos veces, o más con un recocido intermedio realizado entre las mismas, para obtener una lámina de acero con un grosor de lámina final. A continuación, la lámina de acero así laminada en frío se procesó mediante recocido por recristalización y recocido final.

40

En este experimento, antes del recocido final, se utilizó una solución coloidal acuosa (concentración de componente sólido: 3,0% en masa) de una solución 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 rodillo.

45

Después de la aplicación, se realizó un tratamiento de horneado 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 horneado, se estimó la cantidad de separador de recocido así adherido, y este peso se consideró como una cantidad de aplicación del separador de recocido.

50

En el recocido final, después de mantener una temperatura de 850 °C durante 30 horas en una atmósfera de nitrógeno, se mantuvo entonces una temperatura de 1000 °C durante 5 horas en una atmósfera de Ar.

55

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

60

Los detalles de los procedimientos de evaluación de rendimiento anteriores son como sigue. 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 recubierta con el separador de recocido se evaluó por inspección visual.

O: La aplicación se realiza de manera uniforme en toda la lámina de acero.

Δ: La aplicación se realiza en toda la lámina de acero, pero no se realiza de manera uniforme.

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

5

· Propiedades de adhesión después del secado

Después de que se ha horneado el separador de recocido, mientras se procesaba por cepillado durante 10 segundos, la lámina de acero se lavó con agua corriente con una velocidad de flujo de aproximadamente 1,0 m/s. Posteriormente, después de extraer el agua mediante un rodillo de toque, 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 nuevamente la cantidad de aplicación del separador de recocido. Se obtuvo la diferencia de peso del separador de recocido antes y después del lavado con agua y se consideró como cantidad desprendida. En base a la cantidad desprendida así obtenida, la evaluación se realizó de la siguiente manera.

10

15

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

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

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

20

· Efecto de separación de recocido

Mientras se estaba aplicando una carga de presión de 0,74 MPa después de la aplicación del separador, se realizó el recocido final. Posteriormente, se separaron las láminas de acero adheridas mediante un medidor de tracción para medir la resistencia requerida para la separación (resistencia al desprendimiento) y, a continuación, se realizó la evaluación de la siguiente manera.

25

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

Δ: Se produce parcialmente adhesión entre láminas de acero (resistencia al desprendimiento en un rango de entre más de 10 N y menos de 60 N).

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

30

Los resultados de la prueba se muestran en la Tabla 1. Aunque el separador de recocido utilizado en el Experimento 1 presentaba buenas propiedades de aplicación y efecto de separación de recocido, las propiedades de adhesión a la lámina de acero fueron insuficientes en todas las condiciones.

35

Tabla 1

Cantidad de aplicación (g/m <sup>2</sup> )	Viscosidad (mPa·s)	Propiedades de aplicación	Propiedades de adhesión del separador de recocido	Cantidad desprendida (g/m <sup>2</sup> )	Efecto de separación de recocido	Fuerza de desprendimiento (N)
0,1	3,1	O	Δ	0,05	O	3
0,5	3,1	O	Δ	0,20	O	0
1	3,1	O	Δ	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 tiene el efecto de separación de recocido en el recocido final, la solución de sílice presenta un problema de propiedades de adhesión a una lámina de acero como separador de recocido. Por consiguiente, para utilizar una solución de sílice como separador de recocido y para mejorar las propiedades de adhesión a una lámina de acero, los inventores de la presente invención investigaron la efectividad de la adición de una solución de alúmina como componente formador de película.

40

45 <Experimento 2>

En el mismo proceso de fabricación que en el Experimento 1, para superficies de lámina de acero (dos superficies) antes del recocido final, se aplicó un separador de recocido (concentración de componente sólido: 2,0% en masa) formado de una solución coloidal acuosa compuesta principalmente de una solución de alúmina (alúmina coloidal) y una solución de sílice en una cantidad de aplicación de 0,5 g/m<sup>2</sup> por una superficie mediante un aplicador de rodillo. Posteriormente, se llevó a cabo un horneado a una temperatura final de la lámina de acero de 250 °C, seguido de un 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 1000 °C durante 5 horas en una atmósfera de Ar como recocido final.

50

55

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

5 La relación entre la solución de alúmina y la solución de sílice se modificó en el intervalo entre un 20 y un 100 por ciento en masa en base a  $Al_2O_3/(Al_2O_3+ SiO_2)$ , y la viscosidad del separador de recocido se modificó en el rango de 3,5 a 100 mPa·s. En este experimento, la viscosidad del separador de recocido se modificó utilizando una solución de alúmina que tenía una viscosidad diferente. La viscosidad de la solución de alúmina puede controlarse, por ejemplo, mediante la forma de partículas de la solución y su proporción de componentes sólidos. Por ejemplo, si la apariencia de las partículas de la solución es en forma de plumas, se obtiene una alta viscosidad, y si la apariencia es similar a una esfera (o forma de partícula) o un óvalo (o forma de barra), se obtiene una baja la viscosidad.

15 En la Tabla 2 se muestran los resultados experimentales que se obtuvieron cuando se varió la relación entre la solución de alúmina y la solución de sílice. Si la relación de la solución de alúmina era baja, las propiedades de adhesión del separador de recocido eran insuficientes. Por otra parte, si la relación de la solución de alúmina era excesiva, dado que se potenciaba excesivamente una función de formación de película, se hacía difícil una aplicación uniforme a una lámina de acero y, como resultado, aparecían defectos en el aspecto de los productos. También, el efecto de separación de recocido fue superior en todas las condiciones.

20 Adicionalmente, en la Tabla 3 se muestran los resultados experimentales que se obtuvieron cuando se modificó la viscosidad del separador de recocido. Cuando se aumentaba la viscosidad, las propiedades de aplicación a una lámina de acero se degradaban 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 adhesión entre láminas de acero; por lo tanto, se entendió que, para garantizar unas propiedades de aplicación superiores y para obtener el efecto de separación de recocido, es necesario controlar la viscosidad.

Tabla 2

Proporción entre solución de alúmina y solución de sílice $Al_2O_3/(Al_2O_3+ SiO_2)$ : % en masa	Viscosidad (mPa·s)	Propiedades de aplicación	Propiedades de adhesión del separador de recocido	Cantidad eliminada ( $g/m^2$ )	Efecto de separación de recocido	Fuerza de desprendimiento (N)
10	3,5	O	Δ	0,2	O	0
20	3,5	O	Δ	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	Δ	O	0	O	0

Tabla 3

Proporción entre solución de alúmina y solución de sílice $Al_2O_3/(Al_2O_3+ SiO_2)$ : % en masa	Viscosidad (mPa·s)	Propiedades de aplicación	Propiedades de adhesión del separador de recocido	Cantidad desprendida ( $g/m^2$ )	Efecto de separación de recocido	Fuerza de 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	Δ	28
60	100	x	O	0	Δ	45

30 <Experimento 3>

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

Posteriormente, se llevó a cabo un horneado a una temperatura final de la lámina de acero de 250 °C, seguido de un 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 1000 °C durante 5 horas en una atmósfera de Ar para el recocido final.

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

En la Tabla 4 se muestran los resultados experimentales que se obtuvieron cuando se modificó la cantidad de aplicación. Cuando la cantidad de aplicación fue excesivamente pequeña, el efecto de separación de recocido fue insuficiente y se produjo adhesión entre láminas de acero. Por otro lado, cuando se aumentó la cantidad de aplicación, se degradaron las propiedades de adhesión del separador de recocido a una lámina de acero. Por consiguiente, para garantizar unas propiedades de adhesión superiores a una lámina de acero y para obtener el efecto de separación de recocido, preferiblemente se controla la cantidad de aplicación del separador de recocido.

Tabla 4

Proporción entre solución de alúmina y solución de sílice $Al_2O_3/(Al_2O_3+SiO_2)$ : % en masa	Viscosidad (mPa·s)	Cantidad de aplicación ( $g/m^2$ )	Propiedades de la aplicación	Propiedades de adhesión del separador de recocido	Cantidad desprendida ( $g/m^2$ )	Efecto de separación de recocido	Fuerza de desprendimiento (N)
75	2,5	0,001	O	O	0	×	100
75	2,5	0,005	O	O	0	O	10
75	2,5	0,05	O	O	0	O	0
75	2,5	0,5	O	O	0	O	0
75	2,5	1	O	O	0	O	0
75	2,5	2	O	O	0	O	0
75	2,5	3	O	O	0	O	0
75	2,5	6	O	Δ	1,2	O	0

De acuerdo con los resultados experimentales descritos anteriormente, primero se descubrió que pueden obtenerse unas propiedades de aplicación superiores y unas propiedades de adhesión superiores después de la aplicación cuando un compuesto, tal como sílice, presenta una estabilidad superior en el recocido a alta temperatura y un compuesto de Al en forma de solución o solución coloidal utilizado como componente formador de película se utiliza como componente principal del separador de recocido, y además, cuando se controla la proporción del componente sólido 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, un procedimiento para recocer una lámina de acero eléctrico de grano orientado, y un procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado, de acuerdo con la presente invención.

En primer lugar, se describirán los motivos de la restricción del separador de recocido. La restricción generalmente se determina 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 se utiliza un compuesto estable a alta temperatura, es decir, como compuesto estable, por lo menos un compuesto conocido distinto de MgO que tiene una superior estabilidad a altas temperaturas y que no reacciona o es poco probable que reaccione en un recocido por lotes. Además, el compuesto estable a alta temperatura puede ser en forma de solución o solución coloidal 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 tiene 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 presentan afinidad por el medio. En ambos casos, el líquido utilizado como medio se denomina colectivamente disolvente. Dado que la solución coloidal no se parece a la suspensión y es transparente, es similar a una solución; sin

embargo, cuando hay presentes partículas coloidales, la presencia de las mismas puede confirmarse midiendo la dispersión de la luz.

5 Además, el componente principal indica un componente de composición distinto de un agente auxiliar y un aditivo que se describirán 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.

10 El líquido utilizado como disolvente no está particularmente limitado, y puede utilizarse agua o un disolvente orgánico. Como disolvente orgánico, aunque puede utilizarse generalmente metanol, isopropanol, etilenglicol o similares, el disolvente orgánico no se limita a los mismos. Se utiliza agua preferiblemente como disolvente en vista del coste, la amplia selectividad del compuesto y similares. En este caso, para ajustar las propiedades del líquido o similar, 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.

15 Dado que el compuesto de Al y el compuesto estable a alta temperatura apenas reaccionan con el hierro base a diferencia del MgO que se utiliza para un separador de recocido convencional, no se forma un revestimiento que degrade gravemente las propiedades de perforación tales como un revestimiento de forsterita. Como resultado, en el caso en el que se suministra una lámina de acero eléctrico de grano orientado que presenta una superior capacidad de perforación, el separador de recocido descrito anteriormente es muy eficaz.

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

25 Para garantizar la función de formación de película, el compuesto de Al está limitado a un compuesto que forma coloide en un disolvente tal como agua. Es decir, cuando el compuesto de Al no se encuentra en estado coloidal, no puede obtenerse el efecto de formación de película y, en consecuencia, no pueden obtenerse las propiedades de adhesión. Por ejemplo, si se aplica alúmina en forma de pasta o suspensión, la película no se forma. El diámetro de partícula del coloide del compuesto de Al se establece preferiblemente a aproximadamente 50 nm o menos. En cuanto al límite inferior, no hay un límite de diámetro de partícula preferible, e incluso en las proximidades del límite analítico, puede obtenerse un efecto suficiente.

30 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 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 de ácido orgánico y/o un producto deshidratado del mismo. En particular, por ejemplo, pueden 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.

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

40 En el caso en que se utiliza como disolvente un disolvente orgánico, como compuesto de Al preferido, también puede utilizarse un material similar al utilizado para el separador de recocido acuoso.

45 Como compuesto estable a una temperatura elevada 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  $CaO$ .

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 está químicamente modificado para tener un grupo hidrofílico tal como un grupo hidroxilo. Sin embargo, en el caso del compuesto estable a alta temperatura puede utilizarse, como otro procedimiento, un compuesto en el estado en que la superficie del mismo esté cubierta con un material hidrófilo conocido en un disolvente. Si se utiliza un disolvente orgánico, basado en un concepto similar al descrito anteriormente, el compuesto estable a alta temperatura puede diseñarse utilizando un grupo lipófilo o similar.

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, un compuesto que es estable a 1200 °C es satisfactorio, y es más preferible un compuesto que sea estable a 1300 °C. Un compuesto que no reacciona por sí mismo ni reacciona con una lámina de acero o un óxido (tal como SiO<sub>2</sub>, FeO, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> o Fe<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>) en la superficie del mismo a las temperaturas mencionadas anteriormente puede utilizarse como compuesto estable a alta temperatura.

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 a la 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, el denominado sílice coloidal debido a un coste relativamente bajo además de una alta estabilidad con una solución de alúmina. La sílice coloidal es un coloide inorgánico compuesto principalmente de SiO<sub>2</sub> y, a menudo, es amorfo.

Aunque un compuesto de Al (denominado en lo sucesivo "compuesto de Al no coloidal") que no está en forma ni de solución ni de solución coloidal, tal como partículas de alúmina, es estable a alta temperatura, el efecto de mejorar las propiedades de la aplicación del compuesto de Al en forma de solución o sílice coloidal no es significativo. Por lo tanto, aunque la adición del compuesto de Al no coloidal como parte de un componente principal no está prohibida, preferiblemente está contenido un compuesto que es estable a una temperatura elevada distinta del compuesto de Al no coloidal. Además, el compuesto de Al no coloidal no se toma en cuenta para el cálculo de la proporción de componente sólido que se describirá más adelante.

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

Relación de componente sólido de compuesto de Al = (componente sólido de compuesto de Al) / {(componente sólido de compuesto de Al) + (componente sólido de compuesto estable a una elevada temperatura (suma))} ..... ecuación (1)

Sin embargo, el componente sólido del compuesto de Al se calcula según la forma de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y la del compuesto estable a alta temperatura se calcula en base a la forma de un compuesto principal obtenido después del horneado. Por ejemplo, si se utiliza una solución de sílice, la sílice, es decir, SiO<sub>2</sub> es un compuesto principal, y si se utiliza una solución de titanía, la titanía, es decir, TiO<sub>2</sub> es un compuesto principal. Además, si no se prevé particularmente una etapa de horneado, el cálculo se realiza en base a un compuesto principal que se obtiene cuando se realiza el tratamiento de horneado.

Si los componentes sólidos están formados prácticamente sólo por los compuestos descritos anteriormente, la ecuación (1) puede representarse mediante la siguiente ecuación (3).

Relación de componente sólido de compuesto de Al = (componente sólido de 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.

Cuando la relación del componente sólido del compuesto de Al es un 40 por ciento en masa o menor, el compuesto de Al que es un componente formador de película no es suficiente y, por lo tanto, las propiedades de adhesión del separador de recocido se vuelven insuficientes. Además, si la relación de componente sólido es más 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 revestimiento no se estabiliza. Por lo tanto, no puede formarse un revestimiento uniforme y, en consecuencia, se obtiene un producto con aspecto defectuoso. La relación de componentes sólidos del compuesto de Al es preferiblemente de un 50 por ciento en masa o más, más preferiblemente de un 60 por ciento en masa o más, e incluso más preferiblemente de un 70 por ciento en masa o más.

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, la proporción del componente sólido del compuesto de Al puede representarse mediante la siguiente ecuación (2).

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

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

10 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 .....  $BaO$ .

15 Si se utiliza un compuesto de Si como compuesto estable a alta temperatura, es decir, si el componente sólido está compuesto principalmente de 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  $Al_2O_3/(Al_2O_3 + SiO_2)$  se establece preferiblemente entre un 40 y un 95 por ciento en masa.

20 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 está revestida con el separador de recocido y, por lo tanto, se produce una adhesión entre las láminas de acero en el recocido final. La viscosidad de la presente invención es una viscosidad del separador de recocido a una  
25 temperatura del líquido de 25°C medida por un viscosímetro Ostwald.

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

30 Además, si se añade S (sustancia elemental) o un compuesto que contiene S (de aquí en adelante, los dos anteriores se denominan colectivamente "compuesto que contiene S") al separador de recocido como agente auxiliar, pueden aplicarse propiedades magnéticas superiores de manera estable a un grano lámina de acero eléctrico de grano orientado. Aunque no se ha entendido claramente el motivo de esto, se interpreta que un  
35 compuesto que contiene S se descompone en el recocido por lotes, y que el S entra entonces en el acero y se segrega en límites de grano. Es decir, se cree que, debido al S así segregado, se suprime el crecimiento del grano y, en consecuencia, se estabiliza la recristalización secundaria.

40 Si la cantidad de S segregado es excesiva, en algunos casos pueden producirse defectos de recristalización secundarios. Con el fin de evitar preferiblemente este tipo de defecto, la cantidad de un compuesto que contiene S para la 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 del horneado. Además, incluso si no se prevé particularmente una etapa de horneado, la evaluación se realiza en base a la proporción de componentes sólidos de un compuesto que contiene S que se formará cuando se realice el tratamiento de horneado.  
45

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

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

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

60 Con el fin de mejorar adicionalmente las propiedades tales como las propiedades de aplicación de un separador de recocido y las propiedades de adhesión del mismo a una lámina de acero, también pueden mezclarse aditivos tales como un tensioactivo y/o un inhibidor de corrosión. El contenido de un aditivo se establece preferiblemente en un 10

por ciento en masa o menos respecto al componente del separador de recocido después del horneado con el fin de mantener un efecto de separación de recocido suficiente como separador de recocido.

5 Como tensioactivo, pueden utilizarse todos los tensioactivos no iónicos, aniónicos y 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.

10 Aunque se aplica particularmente a una lámina de acero eléctrico de grano orientado, no está prohibido que el separador de recocido de la presente invención se aplique a otras láminas de acero.

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

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

20 A la composición de una lámina de producto y la de un material de partida (acero fundido o bloque de acero), pueden aplicarse todos los componentes conocidos utilizados preferiblemente para una lámina de acero eléctrico de grano orientado. En lo sucesivo, en lo que se refiere a componentes preferidos de acero fundido de una composición representativa, se describirán los motivos para la restricción de los componentes respectivos.

25 C: 0,08 por ciento en masa o menos

30 Si el contenido de C es más de un 0,08 por ciento en masa, se vuelve 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 está necesariamente determinado, desde un punto de vista industrial, el límite inferior es de aproximadamente 5 ppm en masa.

Si: entre un 2,0 y un 8,0 por ciento en masa

35 El Si es un elemento efectivo que aumenta la resistencia eléctrica del acero y que mejora la pérdida de hierro, y para obtener el efecto anterior, el contenido se establece preferiblemente en un 2,0 por ciento en masa o más. Por otra parte, si el contenido es más 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 en un 8,0 por ciento en masa. Por lo tanto, un contenido preferible de Si se encuentra en el rango entre un 2,0 y un 8,0 por ciento en masa.

40 Mn: entre un 0,005 y un 1,0 por ciento en masa

45 El Mn es un elemento efectivo 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 de Mn es excesivo, la densidad de flujo magnético disminuye. En consecuencia, 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 de Mn se establece preferiblemente en el intervalo entre un 0,005 y un 1,0 por ciento en masa.

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

55 Para obtener los granos de cristal orientados de 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 se reducen preferiblemente tanto como es posible en vista de las propiedades magnéticas, y, por ejemplo, el contenido de Al se reduce más preferiblemente a 100 ppm en masa o menos. Sin embargo, si se reducen los componentes descritos anteriormente, el coste puede aumentar en algunos casos; por lo tanto, si los componentes en el rango descrito anteriormente pueden permanecer, no puede producirse ningún problema en absoluto. El contenido de límite inferior de cada elemento determinado desde un punto de vista de reducción de costes actualmente es de  
60 aproximadamente 10 ppm en masa.

Si se utiliza un inhibidor, los elementos anteriores se añaden inversamente de acuerdo con el inhibidor que se va a utilizar. Por ejemplo, generalmente 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.

Además, preferiblemente se añade 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, puesto que las propiedades magnéticas se mejoran adicionalmente.

Además de los elementos anteriores, cuando se contiene Ge, Mo, Te y Bi cada uno en una cantidad de un 0,1 por ciento 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, es posible que no se dé ningún problema en particular. Además, el resto preferiblemente está compuesto de hierro y de impurezas inevitables.

A partir del acero fundido que tiene los componentes anteriores, puede fabricarse un bloque con una dimensión común mediante un procedimiento de fundición de lingotes común o un procedimiento de colada continua o puede fabricarse un bloque de fundición delgado (denominado bloque delgado) con un grosor de 100 mm o menos mediante un procedimiento de fundición directa. Un bloque es recalentado y después es laminado en caliente mediante un procedimiento común; sin embargo, sin realizar calentamiento después de la colada, el laminado en caliente puede realizarse directamente. En el caso de un bloque de fundición delgado, puede realizarse un laminado en caliente, o sin realizar laminado en caliente, pueden realizarse etapas posteriores.

La lámina de acero laminada en caliente es recocida (normalizado) siempre que sea necesario. En particular, si se forma una textura de banda en laminado en caliente, para realizar una textura de recristalización primaria de granos de tamaño uniforme para favorecer el desarrollo de la recristalización secundaria, preferiblemente se realiza un recocido de lámina de acero laminada en caliente.

Para disolver la textura de banda, la temperatura para el recocido de la lámina de acero laminado en caliente se aumenta preferiblemente a 800 °C o más. Por otra parte, para obtener una textura de cristalización primaria de granos de tamaño uniforme, esto no es preferible cuando el diámetro del grano se vuelve excesivamente grande y grueso por recocido de lámina de acero laminado en caliente y, por lo tanto, la temperatura de recocido de la lámina de acero laminada en caliente preferiblemente se establece a 1100 °C o menos. Por lo tanto, para desarrollar mucho la textura orientada de 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 1100°C. Además, un tiempo de recocido preferible del recocido de lámina de acero laminada en caliente es de entre 1 y 300 segundos.

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

Para desarrollar todavía más la textura orientada de Goss, la temperatura de laminado en se puede aumentarse entre 100 y 250 °C. Esto a veces se denomina laminado en caliente; 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, puede realizarse una vez, o más, un tratamiento de envejecimiento a una temperatura en el intervalo entre 100 y 250 °C.

El recocido por recristalización se realiza principalmente para formar una textura de recristalización principal y se realiza preferiblemente por recocido continuo. En el recocido por recristalización, si se requiere descarburización, se utiliza una atmósfera húmeda; sin embargo, si no se requiere descarburización, puede utilizarse una atmósfera seca. Como condiciones preferibles de recocido por recristalización, la temperatura es entre 750 y 1100 °C y el tiempo es aproximadamente entre 1 y 300 segundos.

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

Puede aplicarse a una lámina de acero una técnica en la cual se aumente la cantidad de Si mediante un procedimiento de siliconado después de, por ejemplo, el recocido por recristalización.

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

Dado que un separador de recocido convencional presenta unas propiedades de adhesión a una lámina de acero inferiores, la aplicación del mismo antes del recocido por recristalización no puede realizarse dado que se produce una contaminación de la línea por desprendimiento del separador de recocido durante el recocido por recristalización. Esta situación es similar al caso de un separador de recocido compuesto principalmente de MgO que requiere un calentamiento prolongado para formar un revestimiento. Sin embargo, dado que el separador de recocido de la presente invención presenta unas superiores propiedades de adhesión a una lámina de acero y no provocará una contaminación de la línea por desprendimiento, la aplicación puede realizarse antes o después del recocido por recristalización.

En este proceso, la cantidad de aplicación del separador de recocido de la presente invención se establece preferiblemente en  $0,005 \text{ g/m}^2$  o más con el fin de obtener un efecto suficiente de evitar la adhesión entre láminas de acero. Por otra parte, para asegurar las propiedades de adhesión del separador de recocido, se establece que la cantidad de aplicación del mismo sea preferiblemente de  $5 \text{ g/m}^2$  o menos. Por lo tanto, se establece que la cantidad de aplicación del separador de recocido se encuentre preferiblemente en el rango entre  $0,005$  y  $5 \text{ g/m}^2$ . Un límite inferior más preferible es  $0,05 \text{ g/m}^2$  y un límite superior más preferible es  $2 \text{ g/cm}^2$ .

Aunque la cantidad de aplicación preferida en la fabricación de una lámina de acero eléctrico de grano orientado es la que 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 esté fuera del intervalo descrito anteriormente.

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

Si se fabrica una lámina de acero eléctrico de grano orientado que no tiene revestimiento de forsterita y que tiene unas superiores propiedades magnéticas y trabajabilidad, después del recocido por recristalización y la aplicación del separador de recocido de la presente invención, se realiza un recocido final por recocido por lotes. El propósito del recocido final es favorecer la recristalización secundaria y disminuir las impurezas (purificación). Como condiciones de recocido, pueden utilizarse condiciones conocidas que pueden conseguir esos propósitos. Aunque una temperatura de recocido final preferible es de aproximadamente entre  $750$  y  $1300 \text{ }^\circ\text{C}$ , la temperatura puede establecerse a aproximadamente entre  $750$  y  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$  en la primera mitad y puede establecerse a aproximadamente entre  $900$  y  $1300 \text{ }^\circ\text{C}$  en la segunda mitad. En este caso, la recristalización secundaria se ve favorecida principalmente en la primera mitad, y la purificación se ve favorecida principalmente en la segunda mitad. Como tiempo de recocido final preferible, un tiempo de mantenimiento en el rango de temperatura anterior es de aproximadamente entre 1 y 300 horas.

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 vuelve 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 forma un revestimiento, puede observarse un efecto en el que no se interfiere con la purificación.

En el caso en que se realiza el recocido final mientras el contenido de C se mantiene aproximadamente entre 100 y 250 ppm en masa para mejorar las propiedades magnéticas, el contenido de C preferiblemente se reduce, después de la recristalización secundaria, a 50 ppm o menos en el cual no se produce envejecimiento magnético. Como procedimiento para reducir el contenido de C, puede mencionarse un procedimiento en el que se realiza la descarburización durante el recocido final y un procedimiento en el que se realiza adicionalmente una etapa de descarburización después del recocido final. Para llevar a cabo la descarburización durante el recocido final, puede realizarse un recocido a alta temperatura a  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$  o más en una atmósfera que contenga hidrógeno durante el recocido final, y en particular, durante la segunda mitad del mismo.

Como etapa de descarburización adicionalmente realizada después del recocido final, se realiza de manera efectiva, por ejemplo, (1) recocido (recocido de descarburización) en una atmósfera oxidante, (2) 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. Los motivos por los cuales la descarburización puede realizarse mediante los procedimientos (2) y (3) son que, al final del recocido final, el C en forma de grafito precipita en la capa superficial de una lámina de acero, y la descarburización dentro del acero ya se ha completado.

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 de la siguiente manera. El C forma una cementita

metaestable en acero; sin embargo, en un estado activado en el que la energía de la superficie es elevada, se forma grafito. Por lo tanto, antes de precipitar como cementita en el hierro de base durante el enfriamiento, el C precipita en forma de grafito en una capa superficial. También, considerando el diagrama de fases del hierro puro, la solubilidad del grafito es ligeramente menor que la de la cementita. Por lo tanto, se cree que, dado que el C en solución sólida en una capa superficial disminuye a una concentración que está en equilibrio con grafito, se genera el gradiente de concentración entre el C en solución sólida en la capa superficial y el hierro base y, por lo tanto, continua la descarburización desde el hierro base.

Sin embargo, si se forma una capa de revestimiento 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 la activación de la superficie y, como resultado, también se interfiere la precipitación de grafito en una capa superficial de una lámina de acero. El revestimiento formado a partir del separador de recocido de la presente invención presenta unas superiores propiedades de adhesión; sin embargo, la precipitación de grafito en una capa superficial de una lámina de acero no se ve influenciada negativamente, si bien no se ha comprendido el motivo de ello y, por lo tanto, puede utilizarse preferiblemente el procedimiento de descarburización anterior.

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

Además, puede emplearse adicionalmente la técnica para aumentar la cantidad de Si mediante un procedimiento de siliconado adicionalmente del recocido final. Esta técnica se utiliza eficazmente para reducir todavía más la pérdida de hierro.

En el caso en que las láminas de acero son laminadas para formar un núcleo de hierro, cuando se realiza un revestimiento aislante sobre las superficies de las láminas de acero después del recocido de aplanado, la pérdida de hierro del laminado se mejora efectivamente. En particular, para garantizar una superior capacidad de perforación, se utiliza preferiblemente un revestimiento orgánico que contiene una resina como revestimiento aislante. Por otra parte, para obtener preferentemente la soldabilidad, se utiliza preferiblemente un revestimiento inorgánico como revestimiento aislante.

Además, una etapa sólo para eliminar el separador de recocido no es particularmente necesaria.

Si se fabrica una lámina de acero eléctrico de grano orientado que presenta unas superiores propiedades de revestimiento de forsterita y propiedades magnéticas, después del recocido por recristalización y la aplicación del separador de recocido de la presente invención, se realiza un primer recocido por lotes para llevar a cabo la recristalización secundaria. En este caso, como condiciones de recocido, pueden utilizarse condiciones de recocido conocidas que pueden favorecer la recristalización secundaria. Como condiciones preferibles, la temperatura es de aproximadamente entre 750 y 1100 °C y el tiempo es aproximadamente entre 1 y 300 horas.

Posteriormente, aunque el revestimiento de forsterita se forma en el segundo recocido por lotes, como etapa de preparación para el mismo, la formación de oxidación interna se realiza primero por recocido continuo. Cuando se realiza el primer recocido por lotes mientras está contenida una cantidad predeterminada de C para mejorar las propiedades magnéticas, en este recocido continuo que forma la oxidación interna, la descarburización se realiza preferiblemente de manera simultánea. Para las 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 revestimiento de forsterita en un recocido por lotes posterior. Una temperatura de recocido preferible es aproximadamente entre 750 y 1000 °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 de hidrógeno y un gas nitrógeno.

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

A continuación, se aplica un separador de recocido compuesto principalmente por 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 revestimiento de forsterita y para la purificación para reducir impurezas, pueden utilizarse condiciones de recocido conocidas que puedan conseguir estos dos propósitos. Una temperatura de recocido preferible es de aproximadamente entre 900 y 1300 °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, si es necesario, por lo menos uno de TiO<sub>2</sub>, SrSO<sub>4</sub>, MgSO<sub>4</sub> y similares como resto.

- 5 Después del segundo recocido por lotes, puede utilizarse adicionalmente la técnica en la que se aumenta la cantidad de Si mediante un procedimiento de siliconado.

Posteriormente, se aplica finalmente un revestimiento de tensión siempre que sea necesario, seguido de horneado. Además, la forma puede corregirse mediante recocido de aplanado y, además, puede realizarse también un recocido de aplanado que hornee simultáneamente el revestimiento de tensión.

15 La lámina de acero eléctrico de grano orientado de la presente invención muestra una lámina de acero eléctrico en la cual se realiza la recristalización secundaria. Por lo tanto, además de los granos orientados de Goss, también se incluye en las reivindicaciones de la presente invención el caso en el cual se recristalizan granos orientados en cubo (orientación{100} <001> u orientación{100} <011>). Una textura en la que los granos de cristal están orientados preferiblemente 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 por recristalización es aproximadamente similar al de realizar los granos recristalizados secundarios que están orientados preferiblemente en la orientación de Goss.

20 [Ejemplos]

(Ejemplo 1)

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

30 Se fabricó por colada continua un bloque 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 también contenía 320 ppm en masa de Al y 80 ppm en masa de N como elemento inhibidor, siendo el resto hierro e impurezas inevitables. Después de calentarse a 1200 °C, el bloque de acero se laminó en caliente para formar una lámina de acero laminada en caliente con un grosor de 2,0 mm, seguido de recocido de la lámina de acero laminada en caliente a 1050 °C durante 60 segundos. A continuación, se formó una lámina de acero laminado en frío que tenía un grosor de 0,30 mm mediante laminado en frío, seguido de recocido por recristalización a 900 °C durante 10 segundos en una atmósfera seca que tenía un punto de rocío de -45 °C.

40 Después del recocido por recristalización, se realizó un primer recocido por lotes. Se aplicó un separador de recocido mostrado en la Tabla 5 antes o después del recocido por recristalización. La aplicación del separador de recocido se realizó mediante un aplicador de rodillo, y se realizó después un tratamiento de horneado a una temperatura final (temperatura de la lámina) de la lámina de acero de 250°C, seguido de enfriamiento espontáneo. El horneado 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.

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

50 En las siguientes etapas, se realizó un primer recocido continuo para formar una oxidación interna superior, y después se aplicó un separador de recocido compuesto principalmente de 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 oxidación interna, la descarburización también se realizó simultáneamente. El recocido continuo se realizó a 835 °C durante 120 segundos en una atmósfera oxidante que tenía un punto de rocío de 55 °C.

55 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 llevó a cabo el segundo recocido por lotes a 1200 °C durante 5 horas en una atmósfera de hidrógeno seco.

60 Finalmente, se realizó la aplicación de un revestimiento de tensión, su horneado y recocido de alivio de tensiones. El revestimiento de tensión estaba constituido por un compuesto que contenía ácido fosfórico, ácido crómico y sílice coloidal y se horneó 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.

La Tabla 5 muestra los componentes del separador de recocido y las condiciones de aplicación del mismo. Se aplicaron unos separadores de recocido que contienen polvo de  $\text{SiO}_2$  y/o  $\text{Al}_2\text{O}_3$  como componente principal distinto del nº 26 en forma de suspensión acuosa, y el nº 26 se suspendió en un alcohol para tener un componente sólido de un 5 por ciento en masa y después se aplicó por pulverización. Aunque las relaciones de dilución se variaron dependiendo de la cantidad de aplicación, los separadores de recocido compuestos principalmente por un compuesto distinto de 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 agregó un componente sólido diferente al que se muestra en la Tabla 5; sin embargo, siempre que sea necesario, se añadió un 0,5 por ciento en masa o menos de un tensioactivo (tipo no iónico) o similar.

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 (se llevó a cabo una clasificación si la aplicación se realizó antes o después del recocido por recristalización), las propiedades de aplicación de los separadores de recocido, las propiedades de adhesión del mismo después del secado, y el efecto de separación del recocido después del primer recocido por lotes.

En los números 14 y 19, dado que la viscosidad del separador de recocido se encontraba fuera del rango de la presente invención, las propiedades de aplicación fueron seriamente inferiores, y en partes de una lámina de acero en las que no se podía aplicar el separador de recocido se produjo adhesión entre las mismas. En los números 12 y 15, la relación entre el compuesto de Al y el compuesto de Si se encontraba fuera de un intervalo preferible de la presente invención. En el nº 12, dado que el contenido del compuesto de Al que sirvió como componente formador de película era pequeño, la adhesión del separador de recocido a una lámina de acero era inferior. Por otra parte, en el nº 15, el contenido de un compuesto de Al altamente reactivo es grande, el líquido de revestimiento no se estabilizó y, por lo tanto, no pudo formarse un revestimiento uniforme. Como resultado, aparecieron defectos de aspecto.

En los números 1 a 4, dado que el componente principal era diferente al de la presente invención, las propiedades de adhesión a una lámina de acero eran insuficientes. Dado que la cantidad de aplicación del separador de recocido no era suficiente en el nº 5, se produjo adhesión entre láminas de acero en el recocido final. Dado que la cantidad de aplicación del separador de recocido era excesiva en el nº 17, la adhesión 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 llevaron a cabo dos casos, es decir, la aplicación del separador de recocido se realizó antes del recocido por recristalización, en un caso, y se realizó después del recocido por recristalización, en el otro caso. Los separadores de recocido de la presente invención mostraron superiores propiedades de aplicación, propiedades de adhesión 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. El motivo de ello se cree que se debe a que, cuando la aplicación se realizó antes del recocido por recristalización, dado que el separador de recocido que tiene una adhesión inferior a una lámina de acero se desprendió, la cantidad del separador de recocido proporcionado en la lámina de acero disminuyó en el primer recocido por lotes y, por lo tanto, se produjo una adhesión entre láminas de acero. Por otra parte, cuando la aplicación se realizó después del recocido por recristalización, la cantidad del separador de recocido desprendido fue pequeña, y se mantuvo la cantidad requerida para evitar la adhesión entre láminas de acero. Por lo tanto, se cree que no se produjo ninguna adhesión entre láminas de acero.

La Tabla 7 muestra las propiedades magnéticas, las propiedades de revestimiento de forsterita y el contenido (en hierro base, es decir, cada contenido se obtuvo mediante un análisis realizado después de eliminar un revestimiento en 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 fueron procesadas mediante las etapas posteriores para formar láminas de producto. Las propiedades de revestimiento de forsterita se evaluaron a través de un radio de curvatura mínimo en el cual no se generó desprendimiento del revestimiento al enrollar 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 30x300 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, las propiedades magnéticas y las propiedades de revestimiento de forsterita se obtuvieron de manera compatible y, además, la purificación para reducir impurezas se llevó a cabo 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 en las propiedades magnéticas.

Tabla 5

nº	Componente principal del separador			Cantidad de aplicación (g/m <sup>2</sup> )	Viscosidad (mPa·s)	Proporción entre solución de alúmina y solución de sílice 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	Acetato de Al 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	Formato 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 realiza un revestimiento por pulverización.

Tabla 6

nº	Orden de etapa de aplicación de separador de recocido (antes o después de recocido por recristalización)	Propiedades de aplicación	Propiedades de adhesión del separador de recocido	Cantidad desprendida (g/m <sup>2</sup> )	Efecto de separación de recocido	Fuerza de desprendimiento (N)	Observaciones
1	Después	O	×	1,10	O	0	Ejemplo comparativo
2	Después	O	×	1,05	O	0	Ejemplo comparativo
3	Antes	O	×	1,05	×	65	Ejemplo comparativo
	Después	O	×	1,10	O	0	Ejemplo comparativo
4	Antes	O	×	1,10	Δ	50	Ejemplo comparativo
	Después	O	×	1,00	O	0	Ejemplo comparativo
5	Después	O	O	0	×	90	Ejemplo comparativo
6	Antes	O	O	0	O	5	Ejemplo
	Después	O	O	0	O	5	Ejemplo
7	Antes	O	O	0	O	2	Ejemplo
	Después	O	O	0	O	3	Ejemplo
8	Después	O	O	0	O	2	Ejemplo
9	Después	O	O	0	O	0	Ejemplo
10	Después	O	O	0	O	0	Ejemplo
11	Después	O	O	0	O	0	Ejemplo
12	Antes	O	Δ	0,80	O	0	Ejemplo
	Después	O	Δ	0,75	O	0	Ejemplo
13	Después	O	O	0	O	0	Ejemplo
14	Después	×	O	0	Δ	20	Ejemplo comparativo
15	Después	Δ	O	0	O	0	Ejemplo comparativo
16	Después	O	O	0,15	O	0	Ejemplo
17	Después	O	Δ	1,5	O	0	Ejemplo comparativo
18	Después	O	O	0	O	0	Ejemplo
19	Después	×	O	0	Δ	40	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
26	Antes	O	×	1,0	×	70	Ejemplo comparativo
	Después	O	×	1,0	O	0	Ejemplo comparativo

Tabla 7

n°	Orden de etapa de aplicación de separador de recocido (antes o después de recocido por recristalización)	B <sub>8</sub> (T)	W <sub>17/50</sub> (W/kg)	Radio de curvatura mínimo de la resistencia al desprendimiento al doblar (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 el siguiente procedimiento, se fabricó una lámina de acero eléctrico de grano orientado que presenta unas superiores propiedades de revestimiento de forsterita y propiedades magnéticas.

10 Se fabricó un bloque de acero que no contenía elementos formadores de inhibidor por colada continua, en el que se 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 (menor que el límite analítico), respectivamente. En este bloque, el resto era hierro e impurezas inevitables. Después de calentar a 1200 °C, el bloque de acero se laminó en caliente para formar una lámina de acero laminada en caliente con un grosor de 2,0 mm, seguido de recocido de la lámina de acero laminada en caliente a 1050 °C durante 60 segundos.

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

20 Después del recocido por recristalización, se realizó el primer recocido por lotes. El separador de recocido se aplicó antes o después del recocido por recristalización de acuerdo con la Tabla 8. La aplicación del separador de recocido se realizó mediante un aplicador de rodillo, y se llevó a cabo entonces un tratamiento de horneado a una temperatura de lámina final de 250°C, seguido de enfriamiento espontáneo. El horneado se realizó por llama directa de un gas propano. El primer recocido por lotes se llevó a cabo 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 adhesión después del secado y el efecto de separación de recocido después del primer recocido por lotes, y las muestras que tenían propiedades superiores se procesaron adicionalmente en etapas posteriores, de modo que se obtuvieron láminas de producto.

35 En las etapas siguientes, se realizó un primer recocido continuo para formar una oxidación interna superior, y después se aplicó un separador de recocido compuesto principalmente de MgO. Dado que el primer recocido por lotes se realizó mientras quedaban 100 a 150 ppm en masa de C, en el recocido continuo realizado para esta formación de oxidación interna, se realizó también una descarburización simultáneamente. 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.

40 Posteriormente, se realizó el segundo recocido por lotes. De acuerdo con la composición de acero de este ejemplo, no fue necesario el recocido a alta temperatura a aproximadamente 1200°C requerido para la purificación de un

componente inhibidor, y el recocido puede realizarse en unas condiciones en las que puede formarse el revestimiento de forsterita. Por lo tanto, el segundo recocido por lotes se realizó a una temperatura de 1100 °C, que era inferior a la utilizada en el pasado, durante 5 horas, y la atmósfera era hidrógeno seco.

5 Finalmente, se llevó a cabo la aplicación de un revestimiento de tensión, su horneado, y recocido de alivio de tensiones. El revestimiento de tensión estaba compuesto por un compuesto que contenía ácido fosfórico, ácido crómico y sílice coloidal y se horneó 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 desarrollaron las condiciones de los números correspondientes que se muestran en la Tabla. 5 como  
10 en el caso del Ejemplo 1.

La Tabla 8 muestra el orden de la etapa de aplicar el separador de recocido (antes o después del recocido por recristalización), las propiedades de aplicación del separador de recocido, las propiedades de adhesión del mismo después del secado y el efecto de separación de recocido después del primer recocido por lotes. Como en el caso  
15 del Ejemplo 1, independientemente del orden de la etapa de aplicar el separador de recocido, el acero fabricado mediante el procedimiento de la presente invención mostró superiores propiedades de aplicación del separador de recocido, propiedades de adhesión del mismo después del secado y 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 efectivamente a un tipo de composición que no contenga inhibidor.  
20

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 a través de las etapas posteriores para formar láminas de producto. Los procedimientos de medición de las propiedades respectivas fueron los mismos que en el  
25 Ejemplo 1.

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 era en un nivel aceptable que no causaba ningún problema.  
30

Tabla 8

nº	Orden de etapa de aplicación de separador de recocido (antes o después de recocido por recristalización)	Propiedades de aplicación	Propiedades de adhesión del separador de recocido	Cantidad desprendida (g/m <sup>2</sup> )	Efecto de separación de recocido	Fuerza de desprendimiento (N)	Observaciones
1	Antes	O	×	1,15	Δ	45	Ejemplo comparativo
	Después	O	×	1,00	O	0	Ejemplo comparativo
2	Antes	O	×	1,00	Δ	35	Ejemplo comparativo
	Después	O	×	1,00	O	0	Ejemplo comparativo
3	Después	O	×	1,05	O	0	Ejemplo comparativo
4	Después	O	×	1,15	O	0	Ejemplo comparativo
5	Después	O	O	0	×	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	Δ	0,8	O	0	Ejemplo
13	Después	O	O	0	O	0	Ejemplo
14	Antes	×	O	0	Δ	40	Ejemplo comparativo
	Después	×	O	0	Δ	25	Ejemplo comparativo
15	Después	Δ	O	0	O	0	Ejemplo comparativo
16	Después	O	O	0,2	O	0	Ejemplo
17	Después	O	Δ	2	O	0	Ejemplo comparativo
18	Después	O	O	0	O	0	Ejemplo
19	Después	×	O	0	Δ	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

n°	Orden de etapa de aplicación de separador de recocido (antes o después de recocido por recristalización)	B <sub>8</sub> (T)	W <sub>17/50</sub> (W/kg)	Radio de curvatura mínimo de resistencia al desprendimiento al doblar (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 revestimiento de forsterita, que tiene superiores propiedades magnéticas y de trabajabilidad.

10

Se fabricó por colada continua un bloque 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 inhibidor elemento, siendo el resto hierro e impurezas inevitables. Después de calentar a 1200 °C, el bloque 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 laminada en caliente a 950 °C durante 60 segundos. A continuación, se formó una lámina de acero laminada en frío que tenía un grosor de 0,27 mm mediante laminado en frío, seguido de recocido por 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 por recristalización de acuerdo con la Tabla 10. La aplicación del separador de recocido se realizó mediante un aplicador de rodillo, y después se llevó a cabo un horneado a la temperatura final de la lámina de 250°C, seguido de enfriamiento espontáneo. El horneado se realizó por llama directa de un gas propano. En el recocido final, después de realizar la recristalización secundaria a 860 °C durante 45 horas en una atmósfera de N<sub>2</sub>, se llevó a cabo una purificación a 1200 °C durante 5 horas en una atmósfera de H<sub>2</sub>. Como componentes y condiciones de aplicación del separador de recocido, se desarrollaron las condiciones de los números correspondientes que se muestran en la Tabla 5 como en el caso del Ejemplo 1,

25

Posteriormente, se examinaron respectivamente las propiedades de aplicación del separador de recocido, las propiedades de adhesión 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 realizó la aplicación de una película de revestimiento aislante, el horneado de la misma, y el recocido de alivio de tensiones. Como película de revestimiento aislante, se utilizó una película de revestimiento aislante de cromato que contiene una resina orgánica, que se ha utilizado de manera general, y se llevó a cabo un horneado a 300 °C. El recocido de alivio de tensiones se realizó a 750 °C durante 2 horas en una atmósfera de nitrógeno.

35

40

La Tabla 10 muestra las propiedades de aplicación del separador de recocido, sus propiedades de adhesión después del secado, el efecto de separación de recocido después del recocido final, las propiedades magnéticas, las propiedades de revestimiento aislante y los contenidos de Al, C, N, S y Se después del recocido final. En los números 14 y 19, dado que la viscosidad del separador de recocido estaba fuera de la presente invención, las propiedades de aplicación fueron seriamente inferiores, y se produce adhesión entre partes de una lámina de acero

5 En la cual no se realizó aplicación. En los números 12 y 15, la relación entre el compuesto de Al y el compuesto de silicio estaba fuera de la presente invención. En el nº 12, dado que la cantidad del compuesto de Al, que era un componente formador de película, era pequeña, las propiedades de adhesión del separador de recocido a una lámina de acero eran inferiores. Por otra parte, en el nº 15, la cantidad de un compuesto de Al altamente reactivo era elevada, el líquido de revestimiento no estaba estabilizado y, por lo tanto, no se podía formar un revestimiento uniforme. Como resultado, aparecieron defectos de aspecto.

10 En los números 1 a 4, dado que el componente principal del separador de recocido estaba fuera de la presente invención, las propiedades de adhesión a una lámina de acero eran insuficientes. En el nº 5, dado que la cantidad de aplicación del separador de recocido era insuficiente, se produjo adhesión entre láminas de acero en el recocido final. En el nº 17, dado que la cantidad de aplicación del separador de recocido era excesiva, las propiedades de adhesión 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 la evaluación de las propiedades magnéticas y la resistencia al desprendimiento debido a la adhesión 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, la aplicación del separador de recocido se realizó antes del recocido por 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 adhesión después del secado, efecto de separación de recocido después del recocido final. En los números 1 y 4, que eran los ejemplos comparativos, dependiendo del orden de la etapa de aplicación del separador de recocido, se obtuvieron diferentes efectos de separación por recocido. Se cree que el motivo de ello es que la diferencia anterior está provocada por la diferencia en la cantidad de adhesión del separador de recocido en el recocido final, tal como se ha descrito en el Ejemplo 1.

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

Tabla 10

nº	Orden etapa aplicación separador recocido (antes o después recocido por recristalización)	Propiedades de aplicación	Propiedades de adhesión del separador de recocido	Cantidad desprendida (g/m <sup>2</sup> )	Efecto de separación de recocido	Fuerza de desprendimiento (N)	B <sub>8</sub> (T)	W <sub>17/50</sub> (W/kg)	Radio de curvatura mínimo de resistencia al desprendimiento al doblar (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	×	1,10	Δ	35	-	-	-	5	<5	10	5	<10	Comparativo
1-2	Después	O	×	1,05	O	0	1,87	1,06	45	5	<5	13	5	<10	Comparativo
2	Después	O	×	1,10	O	0	1,86	1,07	50	6	<5	11	5	<10	Comparativo
3	Después	O	×	1,15	O	0	1,84	1,04	55	5	<5	18	<4	<10	Comparativo
4-1	Antes	O	×	1,05	Δ	40	-	-	-	6	<5	10	5	<10	Comparativo
4-2	Después	O	×	1,05	O	0	1,85	1,03	45	6	<5	13	<4	<10	Comparativo
5	Después	O	O	0	×	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	101	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	Δ	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	×	O	0	Δ	16	-	-	-	7	<5	13	<4	<10	Comparativo
15	Después	Δ	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	Ejemplo
16-2	Después	O	O	0	O	0	1,86	1,01	15	4	<5	18	<4	<10	Ejemplo
17	Después	O	Δ	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	×	O	0	Δ	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)

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

10 Se fabricó por colada continua un bloque de acero que no contenía elementos formadores de inhibidor, en la que se incluyó 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 la 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 este bloque, el resto era hierro e impurezas inevitables. Después de calentar a 1200 °C, el bloque 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 laminada 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 mediante laminado en frío, seguido de recocido por recristalización a 880°C durante 10 segundos en una atmósfera seca que tenía un punto de rocío de -45°C, se llevó a cabo el recocido final.

20 El separador de recocido se aplicó antes o después del recocido por recristalización de acuerdo con la Tabla 11. La aplicación del separador de recocido se realizó mediante un aplicador de rodillo, y después se llevó a cabo un horneado a la temperatura final de la lámina de 250°C, seguido por enfriamiento espontáneo. El horneado se realizó por llama directa de un gas propano. En el recocido final, después de realizar la recristalización secundaria a 875 °C durante 45 horas en una atmósfera de N<sub>2</sub>, se mantuvo una temperatura de 1000 °C durante 5 horas en una atmósfera de Ar. Después del recocido final, se realizó un recocido de descarburización en una atmósfera oxidante, de modo que se redujo el contenido de C en el hierro base.

25 Posteriormente, como componentes y condiciones de aplicación del separador de recocido, como en el caso del ejemplo 1, se desarrollaron las condiciones de los números correspondientes que se muestran en la tabla 5. A continuación, se examinaron respectivamente las propiedades de aplicación del separador de recocido, las propiedades de adhesión del mismo después del secado y el efecto de separación de recocido después del recocido final, y las muestras que presentaban resultados superiores fueron procesadas adicionalmente en etapas posteriores, de modo que se obtuvieron láminas de producto.

35 En las etapas posteriores, se realizó una aplicación de una película de revestimiento aislante, un horneado de la misma, y un recocido de alivio de tensiones. Como película de revestimiento aislante, se utilizó una película de revestimiento aislante de cromato que contiene una resina orgánica, la cual se ha utilizado de manera general, y se llevó a cabo un horneado a 300 °C. El recocido de alivio de tensiones se realizó a 750 °C durante 2 horas en una atmósfera de nitrógeno.

40 La Tabla 11 muestra las propiedades de aplicación del separador de recocido, sus propiedades de adhesión después del secado, el efecto de separación del recocido después del recocido final, propiedades magnéticas, propiedades de la película de revestimiento aislante y el contenido de Al, C, N, S y Se después del recocido final. Como en el caso del Ejemplo 3, el acero al cual se aplicó el separador de recocido de la presente invención mostró unos resultados superiores independientemente del orden de la etapa de aplicación del separador de recocido.

Tabla 11

nº	Orden de etapa aplicación de separador de recocido (antes o después de recocido por recristalización)	Propiedades de aplicación	Propiedades de adhesión del separador de recocido	Cantidad desprendida (g/m <sup>2</sup> )	Efecto de separación de recocido	Fuerza de desprendimiento (N)	B <sub>8</sub> (T)	W <sub>17/50</sub> (W/kg)	Radio de curvatura mínimo de resistencia al desprendimiento al doblar (mm)	Contenido en hierro base (después del recocido final) (ppm en masa)					Observaciones (ejemplo comparativo/ ejemplo)
										Al	N	C	S	Se	
1	Después	O	×	1,00	O	0	1,85	1,34	50	40	26	15	15	<10	Comparativo
2-1	Antes	O	×	1,00	Δ	15	-	-	-	38	28	10	11	<10	Comparativo
2-2	Después	O	×	1,05	O	0	1,84	1,36	55	38	22	14	11	<10	Comparativo
3-1	Antes	O	×	1,05	Δ	20	-	-	-	38	28	10	11	<10	Comparativo
3-2	Después	O	×	1,15	O	0	1,88	1,29	45	41	24	18	15	<10	Comparativo
4	Después	O	×	1,00	O	0	1,83	1,38	50	38	26	12	14	<10	Comparativo
5	Después	O	O	0	×	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	Δ	0,7	O	0	1,84	1,28	55	38	28	10	11	<10	Ejemplo
12-2	Después	O	Δ	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	×	O	0	Δ	29	-	-	-	40	24	16	13	<10	Comparativo
15	Después	Δ	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	Δ	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	×	O	0	Δ	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 que se muestran en la Tabla 12, se fabricaron 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 recocido final una vez) utilizaron el bloque de acero y las condiciones de fabricación del Ejemplo 3, y los procesos C y D (procedimiento realizando recocido por lotes dos veces) utilizaron el bloque de acero y condiciones de fabricación del Ejemplo 1. En cuanto al separador de recocido, los componentes aparte del componente principal y las condiciones de aplicación fueron los mismos que en el Ejemplo 1. Dado que no se observó prácticamente dispersión mediante un procedimiento de dispersión en el nº 6, el separador de recocido se consideró prácticamente una solución.

15 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 contiene un compuesto de Si como compuesto estable a alta temperatura presenta un elevado efecto de separación por 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 los que la cantidad de aplicación y la viscosidad eran las mismas que las de los números 1 a 5 y 7 que se muestran en la Tabla 12 y en el que sólo se utiliza un compuesto de silicio (sílice coloidal) en forma de solución coloidal, mostraron las propiedades más preferidas y fueron mejores que los resultados de este ejemplo que se muestra en la Tabla 13.

Tabla 12

nº	Componente principal del separador			Cantidad de aplicación (g/m <sup>2</sup> )	Viscosidad (mPa·s)	Proporción de componente sólido de compuesto de Al (% en masa)
	Compuesto de Al	Compuesto estable a alta temperatura	Otros			
1	Acetato de Al básico	Sílice coloidal, polvo fino de TiO <sub>2</sub>	-	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 fino de TiO <sub>2</sub>	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 fino de CaO	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 fino de ZrO <sub>2</sub>	-	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

Tabla 13

nº	Pro- ce- so*	Propie- dades de aplica- ción	Propie- dades de adhe- sión del separa- dor de reco- cido	Can- tidad des- pren- dida (g/m <sup>2</sup> )	Efecto de sepa- ración de reco- cido	Fuerza de des- prendi- miento (N)	B <sub>8</sub> (T)	W <sub>17/50</sub> (W/kg)	Radio de cur- vatura mínimo de resis- tencia al despren- dimiento al doblar (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	6	<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 por recristalización → aplicación de separador de recocido → recocido final

B: Aplicación de separador de recocido → recocido por recristalización → recocido final

5 C: Recocido por recristalización → aplicación de separador de recocido → primer recocido por lotes → recocido continuo ~ segundo recocido por lotes

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

(Ejemplo 6)

10 Se fabricaron bloques de acero que tienen las composiciones mostradas en la Tabla 14 de acero fundido mediante un procedimiento de colada 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 nº 2, el contenido de C antes de la recristalización secundaria no se ajustó particularmente y, por lo tanto, también se omitió la

15 descarburización. Además, en los números 1 y 7, el recocido por recristalización se realizó en una atmósfera oxidante que tenía un punto de rocío de 30 °C, de modo que el contenido de C antes del segundo recocido por recristalización se ajustó en el intervalo entre 100 y 150 ppm en masa.

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

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

Tabla 14

n°	Composición de bloque de acero							
	C (% en masa)	Si (% en masa)	Mn (% en masa)	Al (ppm en masa)	N (ppm en masa)	S (ppm en masa)	Se (ppm en masa)	Otros (ppm en masa)
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	

Tabla 15

n°	Proce-so *	Pro-pie-da-des de aplica-ción	Pro-pie-da-des de adhe-sión del sepa-rador de reco-cido	Can-tidad des-pren-dida (g/m <sup>2</sup> )	Efecto de sepa-ración de reco-cido	Fuerza de des-pren-di-miento (N)	B <sub>8</sub> (T)	W <sub>17/50</sub> (W/kg)	Radio de curva-tura mínimo de resis-tencia al despren-dimiento al doblar (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	B	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	C	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 por recristalización → aplicación de separador de recocido → recocido final

5 B: Aplicación de separador de recocido → recocido por recristalización → recocido final

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

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

10

Aplicabilidad industrial

El separador de recocido para láminas de acero eléctricos de grano orientado, de acuerdo con la presente invención, presenta unas superiores propiedades de aplicación y propiedades de adhesión a una lámina de acero, y en una etapa de aplicación de separador de recocido y etapas siguientes realizadas posteriormente, puede garantizarse un funcionamiento estable. Además, el separador de recocido de la presente invención presenta unas superiores propiedades operativas, de modo que, mientras se mantienen las propiedades de adhesión, la purificación y la descarbonización pueden realizarse sin causar ningún problema y, además, no se requiere una etapa de eliminación del revestimiento.

20

Si este separador de recocido se aplica a un proceso para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado, puede fabricarse fácilmente una lámina de acero eléctrico de grano orientado con superiores propiedades magnéticas y propiedades de revestimiento de forsterita y una lámina de acero eléctrico de grano orientado que presenta unas superiores propiedades magnéticas y trabajabilidad sin forsterita el revestimiento.

25

## REIVINDICACIONES

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

- 5 a) formación de una lámina de acero que tiene un grosor de lámina final laminando un bloque formado 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;
- 10 b) aplicación de un separador de recocido a la lámina de acero y horneado de la lámina de acero recubierta 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 un compuesto estable que es estable a alta temperatura, y en el que la cantidad de separador de recocido aplicado a la lámina de acero se establece se establece entre 0,005 y 5 g/m<sup>2</sup> por una superficie;
- 15 c) recocido final realizando un recocido por lotes de la lámina de acero, obtenida a tras la etapa de procedimiento b); y
- d) realización de recocido por recristalización de la lámina de acero antes de la etapa de procedimiento b) o después de la etapa de procedimiento b) y antes de la etapa de procedimiento c), caracterizado por el hecho de que durante el horneado entre 150°C y 400°C se forma una estructura de red entre moléculas por reacción de condensación de deshidratación del compuesto de Al.

20 2. Procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por:

- una etapa posterior de realización de recocido continuo de la lámina de acero; y
- una etapa de segundo recocido por lotes para realizar recocido por lotes después de la aplicación de un segundo separador de recocido que contiene MgO a la lámina de acero.

25 3. Procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado, de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que el bloque es un bloque formado de acero fundido que tiene una composición en la que el contenido de Al se reduce a 150 ppm o menos y el contenido de N, S y Se se reduce cada uno a 50 ppm o menos.

30 4. Procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la etapa de procedimiento a) comprende:

- formación de una lámina de acero laminada en caliente por laminado en caliente del bloque;
- realización de recocido de lámina de acero laminada en caliente de la lámina de acero laminada en caliente siempre que sea necesario; y
- 35 realización de laminado en frío una vez, o dos veces, o más con un recocido intermedio realizado entre las mismas, para obtener una lámina de acero con un grosor de lámina final.

5. Procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado tal como se define en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que

- 40 el compuesto de Al tiene por lo menos uno de un grupo hidroxilo y un grupo ácido orgánico y un producto deshidratado de un compuesto de Al que tiene un grupo hidroxilo y un grupo ácido orgánico, y opcionalmente 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;
- 45 en el que el compuesto estable se selecciona de SiO<sub>2</sub>, SrO, TiO<sub>2</sub>, BaO, CaO y ZrO<sub>2</sub> en forma de solución o solución coloidal; y
- en el que la viscosidad del separador de recocido es de 25 mPa·s o menos a una temperatura del líquido de 25 °C medida con un viscosímetro Ostwald.

50 6. Procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, 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 componente sólido representada por la siguiente ecuación:

55 
$$\text{relación componente sólido de compuesto de Al} = \frac{\text{componente sólido del compuesto de Al}}{\{(\text{componente sólido del compuesto de Al}) + (\text{componente sólido del compuesto estable a alta temperatura (suma)})\}}$$
, donde

- (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 el separador de recocido se hornea después de la aplicación del mismo en la etapa de procedimiento b), o

60 (2) en el que 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 de Si ..... SiO<sub>2</sub>,

el compuesto de Sr ..... SrO, el compuesto de Ca .... CaO,  
el compuesto de Zr ..... ZrO<sub>2</sub>, el compuesto de Ti ..... TiO<sub>2</sub> y  
el compuesto de Ba ..... BaO.

- 5 7. Procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado, de acuerdo con la reivindicación 6, en el que por lo menos un compuesto estable es SiO<sub>2</sub> en forma de solución o solución coloidal, en el que la proporción entre el compuesto de Al y el SiO<sub>2</sub> en forma de solución o solución coloidal calculada 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.
- 10 8. Procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, 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 el separador de recocido se hornea después de la aplicación del mismo en la etapa de procedimiento b).
- 15 9. Procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado de acuerdo con la reivindicación 8, 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.