



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 698 20 587 T2** 2004.10.07

(12)

## Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 0 947 596 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **698 20 587.1**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **98 105 841.5**

(96) Europäischer Anmeldetag: **31.03.1998**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **06.10.1999**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **17.12.2003**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **07.10.2004**

(51) Int Cl.7: **C22C 38/02**  
**H01F 27/245**

(73) Patentinhaber:

**JFE Steel Corp., Tokio/Tokyo, JP**

(74) Vertreter:

**HOFFMANN · EITLÉ, 81925 München**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**DE, FR, GB**

(72) Erfinder:

**Takada, Yoshikazu, Kawasaki-ku, Kawasaki 210, JP; Ninomiya, Hironori, Kawasaki-ku, Kawasaki 210, JP; Namikawa, Misao, Kawasaki-ku, Kawasaki 210, JP; Fujita, Koichiro, Kawasaki-ku, Kawasaki 210, JP; Kasai, Shoji, Kawasaki-ku, Kawasaki 210, JP; Hiratani, Tatsuhiko, Kawasaki-ku, Kawasaki 210, JP**

(54) Bezeichnung: **Siliziumstahl mit niedrigem Restgehalt an magnetischer Flussdichte**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

## Beschreibung

### Hintergrund der Erfindung

#### 1. Erfindungsgebiet

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Siliziumstahlblech mit einer geringen restlichen magnetischen Flussdichte, das man als Kern von Verteilungstransformatoren, Transformatoren in elektrischen Stromgeräten und industriellen Geräten, Direktstromsensoren und Stromtransformatoren verwenden kann.

#### 2. Beschreibung verwandter Techniken

[0002] Im allgemeinen setzen Verteilungstransformatoren Korn-orientierte Siliziumstahlbleche ein, da diese Art von Blechen Entwicklungen mit einer hohen magnetischen Flussdichte erlaubt, während der Eisenverlust auf ein geringes Niveau gedrückt wird. Die Korn-orientierten Siliziumstahlbleche zeigen jedoch den Nachteil einer Restinduktion infolge ihrer hohen restlichen magnetischen Flussdichte. Wenn eine Restinduktion vorliegt, können Verteilungstransformatoren in Gebäuden und in einer Umgebung, die in starkem Umfang Wechselrichterstromquellen nutzt, einen Überstrom induzieren im Falle eines Stromausfalls oder beim Wiedereinschalten des Stroms wegen der Sättigung des magnetischen Flusses und können schließlich zum Auftreten von Eisenverlust (Ummagnetisierungsverlust) im Stromquellengerät des Stromverteilersystems und ferner zu ernsthaften Schäden an anderen Stromsystemen führen. Um solche Mängel zu verhindern, werden Verteilungstransformatoren so entworfen, dass sie die restliche magnetische Flussdichte dadurch verringern, dass eine Lücke im magnetischen Pfad vorgesehen wird, um das Auftreten der Restinduktion zu verhindern.

[0003] Designbedingt kann man von der Eigenschaft einer hohen magnetischen Flussdichte, die ein Merkmal ist, das Korn-orientierten Siliziumstahlblechen innewohnt, keinen Gebrauch machen kann, so dass der Transformator groß wird. Darüber hinaus erhöht das Vorliegen der Lücke den Eisenverlust am Lückenabschnitt.

[0004] Direktstromsensoren weisen eine Lücke im magnetischen Pfad auf und detektieren den magnetischen Fluss, der die Lücke kreuzt. Somit weisen auch Direktstromsensoren ein ähnliches Problem wie Verteilungstransformatoren auf. Das heißt, dass infolge der hohen restlichen Magnetflussdichte im Kern der Sensor beim Detektieren eines Stroms während eines Zeitraums, bei dem der Strom von einem hohen Niveau auf ein geringes Niveau sinkt, nicht funktionieren kann, wegen des Restmagnetismus im Kern.

[0005] Strom- und Übertragungsstrom-Transformatoren kann man mit einem Schnitt (cutting) versehen, um Irrtümer bei der Bewertung des Bruchs einer Übertragungsleitung zu vermeiden, der durch das Auftreten einer Restinduktion unter zufälligem Überstrom induziert wird, der von einem Blitz oder dergleichen resultiert.

#### Zusammenfassung der Erfindung

[0006] Es ist eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Siliziumstahlblech mit einer geringen restlichen magnetischen Flussdichte bereitzustellen, das in der Lage ist, das Auftreten von Restinduktion zu verhindern, ohne eine Lücke vorzusehen.

[0007] Um diese Aufgabe zu lösen, sieht die vorliegende Erfindung ein Siliziumstahlblech mit einer geringen restlichen magnetischen Flussdichte vor. Das Siliziumstahlblech umfasst Fe als Basiselement, Si als Legierungselement, einen Konzentrationsgradienten des Si über die gesamte Dickenrichtung des Stahlblechs. Der Konzentrationsgradient weist eine maximale Si-Konzentration und eine minimale Si-Konzentration auf. Die mittlere Si-Konzentration beträgt maximal 7 Gew.-%. Der Unterschied zwischen der maximalen Si-Konzentration und der minimalen Si-Konzentration ist mindestens 0,5 Gew.-%.

[0008] Der Unterschied zwischen der maximalen Si-Konzentration und der minimalen Si-Konzentration kann mindestens 5,5 Gew.-% betragen.

[0009] Der Unterschied zwischen der maximalen Si-Konzentration und der minimalen Si-Konzentration kann von 0,5 bis 5,5 Gew.-% betragen.

[0010] Die mittlere Si-Konzentration kann maximal 3,5 Gew.-% sein.

[0011] Es ist bevorzugt, dass das Siliziumstahlblech ein Korn-orientiertes Siliziumstahlblech mit einer Goss-Orientierung  $\{ (110) \langle 001 \rangle \}$  ist. Das Siliziumstahlblech hat eine Oberflächenschicht und einen Zentralabschnitt in Dickenrichtung, wobei die Si-Konzentration in der Oberflächenschicht höher ist als die Si-Konzentration im Zentralabschnitt. Der Unterschied in der Si-Konzentration zwischen der Oberflächenschicht und dem Zentralabschnitt beträgt mindestens 0,5 Gew.-%.

#### Kurze Beschreibung der Zeichnungen

[0012] **Fig. 1** ist ein Graph, der die Werte der restlichen magnetischen Flussdichte  $B_r$  bei unterschiedlichen

Niveaus der mittleren Si-Konzentration und von  $\Delta Si$  bei einer Magnetisierung bis zum maximalen Magnetisierungsniveau von  $B_m = 1,4$  T zeigt.

[0013] **Fig. 2** ist ein Graph, der die Beziehung zwischen der mittleren Si-Konzentration und der Sättigungsmagnetflussdichte zeigt.

[0014] **Fig. 3** ist ein Graph, der die Werte des Eisenverlusts  $W_{12/50}$  bei unterschiedlichen Niveaus der mittleren Si-Konzentration und von  $\Delta Si$  bei 50 Hz AC (Wechselstrom) und  $B_m = 1,2$  T zeigt.

[0015] **Fig. 4** ist ein Graph, der die Beziehung zwischen  $\Delta Si$  und der restlichen Magnetflussdichte zeigt.

## Beschreibung der Ausführungsformen

### Ausführungsform 1

[0016] Das Spezifizieren der mittleren Si-Konzentration in einem Siliziumstahlblech und das Erzeugen eines spezifischen Konzentrationsgradienten des Si in der Dickenrichtung des Blechs verringert signifikant die restliche Magnetflussdichte, ohne den Eisenverlust zu erhöhen. Das Spezifizieren der Si-Konzentration und des Si-Konzentrationsgradienten verringert ferner die restliche Magnetflussdichte, verringert den Eisenverlust oder erhöht die Sättigungsmagnetflussdichte.

[0017] Wie zuvor beschrieben, ist das Siliziumstahlblech gemäß der Ausführungsform 1 im Grunde genommen eines, das 7 Gew.-% oder weniger Si im Mittel umfasst, wobei das Blech einen Si-Konzentrationsgradienten in seiner Dickenrichtung aufweist, wobei der Unterschied in der Si-Konzentration zwischen ihrem Maximum und ihrem Minimum 0,5 Gew.-% oder mehr beträgt.

[0018] **Fig. 1** zeigt die Werte der restlichen Magnetflussdichte ( $B_r$ ), wenn man einen Si-Konzentrationsgradienten in der Dickenrichtung des Blechs erzeugt. Die verwendeten Proben wurden einem Stahlblech mit einer Dicke von 0,3 mm entnommen, das man durch ein Walzverfahren, gefolgt von Silizieren in einer  $SiCl_4$ -Atmosphäre, bei 1200°C und dann durch die Diffusionsbehandlung in einer  $N_2$ -Atmosphäre bei 1200°C hergestellt hatte, um unterschiedliche Si-Gehalte und Si-Konzentrationsgradienten in der Dickenrichtung des Blechs zu erzeugen. Die horizontale Achse ist der mittlere Si-Gehalt und die vertikale Achse ist der Unterschied der Si-Konzentration zwischen dem Maximum und dem Minimum, oder  $\Delta Si$ . **Fig. 1** zeigt die restliche Magnetflussdichte  $B_r$  zu jeder der Direktstrom-BH-Kurven unter Magnetisierung von einzelnen Punkten bis zu einer maximalen Magnetisierung von  $B_m = 1,4$  T. Die  $\Delta Si$ -Werte sind das Ergebnis eines EPMA (Elektronen-Proben-Mikroanalysators) an einem Querschnitt einer jeden Probe.

[0019] **Fig. 1** legt nahe, dass das Erzeugen eines Si-Konzentrationsgradienten in der Dickenrichtung des Blechs und die Zunahme in  $\Delta Si$  die restliche Magnetflussdichte monoton verringern. Wenn man einen  $\Delta Si$ -Wert von 0,5% oder mehr wählt, dann erhält man eine ausreichend geringe restliche Magnetflussdichte.

[0020] Daher beinhaltet die Ausführungsform 1 das Erfordernis, einen Si-Konzentrationsgradienten zu erzeugen und den Unterschied der Si-Konzentration zwischen dem Maximum und dem Minimum, oder  $\Delta Si$ , auf 0,5 Gew.-% oder mehr einzustellen. Stärker bevorzugt ist  $\Delta Si$  0,7 Gew.-% oder mehr, damit man eine geringe restliche Magnetflussdichte stabil erhält.

[0021] Wie man an **Fig. 1** sieht, erhält man eine sehr geringe restliche Magnetflussdichte mit Werten von 0,1 T oder weniger, wenn der  $\Delta Si$ -Wert 5,5 Gew.-% oder mehr beträgt. Folglich beinhaltet die vorliegende Erfindung das Erfordernis eines  $\Delta Si$  von 5,5 Gew.-% oder mehr, um die restliche Magnetflussdichte abzusenken.

[0022] In jenem Fall ist das Verfahren zum Bestimmen der Si-Konzentration in der Dickenrichtung des Blechs nicht speziell begrenzt und ein Röntgen-Mikroanalysator, wie EPMA ist bevorzugt.

[0023] Das Konzept, einen Si-Konzentrationsgradienten in der Dickenrichtung eines Stahlblechs zu erzeugen, ist in den japanischen Offenlegungsschriften mit den Nummern 62-227033 bis 62-227036, der japanischen Offenlegungsschrift Nr. 62-227077 und der japanischen Offenlegungsschrift Nr. 4-246157 offenbart. Die Aufgabe dieser Patentveröffentlichungen ist es, die Diffusionsbehandlungszeit durch eine Unterbrechung der Diffusionsbehandlung während des Herstellungsverfahrens des siliziumreichen Stahlblechs in einem Silizierungsverfahren zu verkürzen. Der Si-Konzentrationsgradient wird einfach als Ergebnis der Behandlung erzeugt. Dementsprechend implizieren diese Patentveröffentlichungen nicht das Konzept, einen Si-Konzentrationsgradienten positiv zu erzeugen. Gemäß diesen Patentveröffentlichungen wird der Unterbrechungszeitraum der Diffusionsbehandlung in einem Bereich bestimmt, der den Eisenverlust nicht verschlechtert. Der Eisenverlust wird durch verschiedene Variablen bestimmt und eine Verringerung des Eisenverlusts erfordert eine Erhöhung der restlichen Magnetflussdichte. Folglich kann man von der in den zuvor beschriebenen Patentveröffentlichungen offenbarten Technologie sagen, dass die zulässige Grenze des Si-Konzentrationsgradienten innerhalb eines Bereichs bestimmt wird, der die restliche Magnetflussdichte nicht exzessiv verringert. Im Gegensatz dazu erzeugt die Ausführungsform 1 positiv einen Si-Konzentrationsgradienten, um die restliche Magnetflussdichte zu verringern, so dass sich das technische Konzept gemäß der Ausführungsform 1 vollständig von jenen der zuvor beschriebenen Patentveröffentlichungen unterscheidet.

[0024] Der durch Restinduktion induzierte Einschaltstromstoss hängt mit der Sättigungsmagnetflussdichte

und ferner der restlichen Magnetflussdichte zusammen und der Einschaltstromstoss nimmt mit zunehmender Sättigungsmagnetflussdichte ab. An diesem Punkt kann man, selbst wenn man einen Konzentrationsgradienten in der Dickenrichtung des Blechs erzeugt, um die restliche Magnetflussdichte zu verringern, keinen ausreichenden Effekt erwarten, wenn die Sättigungsmagnetflussdichte sinkt. Da, wie man an **Fig. 2** sieht, die Sättigungsmagnetflussdichte umgekehrt proportional ist zu der mittleren zugegebenen Si-Menge, ist ein exzessiver Si-Gehalt ungünstig. Wenn die mittlere Si-Konzentration 7% übersteigt, verschlechtert sich die Bearbeitbarkeit und baut die Stanzleistung erheblich ab. Daher beinhaltet die vorliegende Erfindung das Erfordernis, die Si-Konzentration auf 7 Gew.-% oder weniger im Mittel festzulegen.

[0025] Eine Verringerung im Si-Gehalt erhöht die Sättigungsmagnetflussdichte. Insbesondere, wenn der Si-Gehalt 3,5 Gew.-% oder weniger erreicht, erreicht die Sättigungsmagnetflussdichte einen bemerkenswert hohen Wert, oder 2,0 T oder mehr. Folglich legt die vorliegende Erfindung die Bedingungen fest, insbesondere die Sättigungsmagnetflussdichte zu erhöhen, indem man die Si-Konzentration auf 3,5 Gew.-% oder weniger spezifiziert, einen Si-Konzentrationsgradienten in der Dickenrichtung des Blechs erzeugt und den Konzentrationsunterschied zwischen dem Maximum und dem Minimum auf 0,5 Gew.-% oder mehr festlegt.

[0026] Die mittlere Si-Konzentration, auf die sich die Ausführungsform 1 bezieht, wird durch chemische Analyse erhalten.

[0027] Hinsichtlich des Konzentrationsgradienten der erfindungsgemäßen Legierungselemente gibt es keine Bedingung für das Gradientenprofil dahingehend, ob der Zentralabschnitt in der Dickenrichtung des Blechs einen höheren oder geringeren Wert aufweist als in den Rand- oder Kantenabschnitten und das einzige Erfordernis ist, dass ein Konzentrationsgradient in der Dickenrichtung des Blechs vorliegt. Der Fall, bei dem ein kontinuierlicher Konzentrationsgradient von der Oberfläche der einen Seite zu der Oberfläche der anderen Seite vorliegt, ist ebenfalls eingeschlossen. Das Verfahren zum Erzeugen dieser Art von Konzentrationsgradienten ist nicht spezifisch begrenzt und ein bevorzugtes Verfahren besteht im Silizieren in einer  $\text{SiCl}_4$ -Atmosphäre, wie zuvor beschrieben, gefolgt von einer Diffusionsbehandlung.

[0028] Als ein Merkmal der Hysteresekurve einer erfindungsgemäßen weichen magnetischen Legierung, gibt es eine  $B_m$ -Abhängigkeit von  $B_r/B_m$ , welches das Verhältnis der restlichen Magnetflussdichte  $B_r$  zu der maximalen Magnetflussdichte  $B_m$  ist. Dies bedeutet, dass eine  $B_m$ -Erhöhung  $B_r$  sättigt, so dass die  $B_m$ -Erhöhung den  $B_r/B_m$ -Wert verringert. Dementsprechend ergibt sich der Vorteil, bei der praktischen Anwendung ein hohes Niveau der Magnetflussdichte zu erreichen.

[0029] Hinsichtlich des Eisenverlusts zeigt **Fig. 3** Daten für den Eisenverlust  $W_{12/50}$ , den man bei dem in der Analyse von **Fig. 1** verwendeten Stahlblech bei 50 Hz AC (Wechselstrom) und  $B_m = 1,2$  T beobachtete. Die Figur zeigt, dass man durch Erfüllen der grundsätzlichen Erfordernisse der vorliegenden Erfindung, oder durch Spezifizieren der Si-Konzentration auf 7 Gew.-% oder weniger, Erzeugen eines Si-Konzentrationsgradienten in der Dickenrichtung des Blechs und durch den Konzentrationsunterschied zwischen dem Maximum und dem Minimum von 0,5 Gew.-% oder mehr, ein praktisch anwendbares Siliziumstahlblech mit einer geringeren restlichen Magnetflussdichte und einem geringen Eisenverlust erhält.

[0030] **Fig. 3** erläutert auch, dass, innerhalb eines Bereichs von  $\Delta\text{Si} = 0,5$  bis 5,5 Gew.-%, der Eisenverlust sehr gering wird oder  $W_{12/50}$  2,0 W/kg oder weniger entspricht. Daher spezifiziert die vorliegende Erfindung die Si-Konzentration auf 7 Gew.-% oder weniger im Mittel, erzeugt einen Si-Konzentrationsgradienten in der Dickenrichtung des Blechs und erfordert einen Konzentrationsunterschied zwischen dem Maximum und dem Minimum von 0,5 bis 0,5 Gew.-%, speziell, um den Eisenverlust zu verringern, während die restliche Magnetflussdichte auf einem geringen Niveau gehalten wird.

[0031] Gemäß der Ausführungsform 1 sind andere Elemente als Si nicht genau spezifiziert und diese anderen Elemente sind annehmbar, wenn sie in einer Menge vorliegen, die in gewöhnlichen Siliziumstahlblechen existiert.

#### Beispiel

[0032] Ein Stahlblech mit einer Dicke von 0,3 mm und mit einer in Tabelle 1 angegebenen Zusammensetzung wurde in einem Walzverfahren hergestellt. Das Blech wurde in einer  $\text{SiCl}_4$ -Atmosphäre bei 1200°C siliziert, gefolgt von einer Diffusionsbehandlung in einer  $\text{N}_2$ -Atmosphäre bei 1200°C, wobei man ein Siliziumstahlblech mit einem Si-Konzentrationsgradienten in der Dickenrichtung des Blechs erhielt.

Tabelle 1

	C Gew.-%	Si Gew.-%	Mn Gew.-%	P Gew.-%	S Gew.-%	löslich Al Gew.-%	N Gew.-%
Stahlblech A	0,002	<0,1	0,01	0,003	0,0009	0,001	0,001
Stahlblech B	0,003	2,86	0,01	0,003	0,0003	0,001	0,002

[0033] Die mittlere Si-Konzentration der hergestellten Probe wurde in einer Nassanalyse bestimmt und der Si-Konzentrationsunterschied zwischen dem Maximum und dem Minimum, oder  $\Delta\text{Si}$ , mittels EPMA. Beim Stahlblech A in der Tabelle 1 lag die mittlere Si-Konzentration der hergestellten Probe in einem Bereich von 0,4 bis 3,0 Gew.-%. Bei dem Stahlblech B in der Tabelle 1 lag die mittlere Si-Konzentration der hergestellten Probe in einem Bereich von 3,5 bis 6,8 Gew.-%. Der Gehalt an anderen Elementen als Si zeigte eine sehr geringe Veränderung vor und nach der Silizierung.

[0034] Aus dem so hergestellten Stahlblech schnitt man ringförmige Proben mit einem äußeren Durchmesser von 31 mm und einem inneren Durchmesser von 19 mm aus. Diese Proben wurden einer Bestimmung der Direktstrom-BH-Kurven und der 50 Hz AC (Wechselstrom)-Magneigenschaften unterzogen.

[0035] Die **Fig. 1** zeigt die Werte der restlichen Magnetflussdichte  $B_r$  für Direktstrom-BH-Kurven unter einer Magnetisierung bis zu dem maximalen Magnetisierungsniveau von  $B_m = 1,4$  T. Wie man an **Fig. 1** sieht, wurde belegt, dass man ein Siliziumstahlblech mit einer geringen restlichen Magnetflussdichte  $B_r$  erhält, indem man einen Si-Konzentrationsgradienten in der Dickenrichtung des Blechs bei einem Si-Konzentrationsniveau dieses Beispiels erzeugt und den  $\Delta\text{Si}$ -Wert auf 0,5 Gew.-% oder mehr einstellt. Ferner wurde durch Einstellen des  $\Delta\text{Si}$ -Werts auf 5,5 Gew.-% oder mehr ein sehr niedriger  $B_r$ -Wert von nur 0,1 T oder weniger realisiert. Die Beziehung zwischen der mittleren Si-Konzentration und der Sättigungsmagnetflussdichte wird in **Fig. 2** angegeben. Wie in **Fig. 2** gezeigt, wird bei einer mittleren Si-Konzentration von 3,5 Gew.-% oder mehr die Sättigungsmagnetflussdichte sehr hoch, oder 2,0 T oder mehr.

[0036] **Fig. 3** zeigt die Werte des Eisenverlusts  $W_{12/50}$ , die man bei 50 Hz AC (Wechselstrom) und  $B_m = 1,2$  T beobachtet. Wie man an **Fig. 3** sieht, wurde belegt, dass man ein praktisch anwendbares Siliziumstahlblech mit einer geringen restlichen Magnetflussdichte und einem geringen Eisenverlust erhält, indem man einen Si-Konzentrationsgradienten in der Dickenrichtung des Blechs bei einem Si-Konzentrationsniveau dieses Beispiels erzeugt und den  $\Delta\text{Si}$ -Wert auf 0,5 Gew.-% oder mehr einstellt. Darüber hinaus erhielt man bei einem  $\Delta\text{Si}$  im Bereich von 0,5 bis 5,5 Gew.-% einen extrem geringen Eisenverlust oder einen Wert von  $W_{12/50}$  von 2,0 W/kg oder weniger.

## Ausführungsform 2

[0037] Die Erfinder haben herausgefunden, dass das Erzeugen eines Si-Konzentrationsgradienten in der Dickenrichtung des Blechs die restliche Magnetflussdichte signifikant verringert.

[0038] Die Ausführungsform 2 wurde auf der Grundlage der zuvor beschriebenen Befunde vollendet. Die Ausführungsform 2 stellt ein Korn-orientiertes Siliziumstahlblech mit einer geringen restlichen Magnetflussdichte zur Verfügung, das einen Si-Konzentrationsgradienten in der Dickenrichtung des Blechs aufweist, worin die Si-Konzentration in der Oberflächenschicht größer ist als in einem Zentralabschnitt der Blechdicke und worin der Unterschied in der Si-Konzentration zwischen der Oberflächenschicht und dem Zentralabschnitt der Blechdicke 0,5 Gew.-% oder mehr beträgt.

[0039] Es ist bevorzugt, dass die mittlere Si-Konzentration über die gesamte Blechdicke hinweg im Bereich von 3 bis 7 Gew.-% liegt. Es ist wünschenswert, dass die Si-Konzentration in der Oberflächenschicht 7,5 Gew.-% oder weniger beträgt.

[0040] **Fig. 4** zeigt die Veränderung der Werte der restlichen Magnetflussdichte ( $B_r$ ), wenn man einen Si-Konzentrationsgradienten in der Blechdickenrichtung des Korn-orientierten Siliziumstahlblechs erzeugt. Die verwendete Probe wurde durch Silizieren eines Korn-orientierten Siliziumstahlblechs erzeugt, das 3,1 Gew.-% Si enthielt und eine Dicke von 0,3 mm aufwies. Die Silizierung wurde durch Reagieren des auf 1.200°C erhitzten Stahlblechs mit einem Mischgas aus 20 Vol.-%  $\text{SiCl}_4$  und 80 Vol.-%  $\text{N}_2$  durchgeführt, das somit Si von der Oberfläche des Stahlblechs penetrieren ließ, worauf man das Stahlblech in eine  $\text{N}_2$ -Atmosphäre eintauchte, um eine Diffusion bis zu einem Zentralabschnitt der Blechdicke zu erzielen. Man stellte verschiedene Proben mit unterschiedlichen Si-Konzentrationsgradienten her, indem man die Si-Penetrationszeit und die Diffusionszeit veränderte. Die magnetischen Eigenschaften der so hergestellten Proben wurden bestimmt.

[0041] **Fig. 4** zeigt die Daten der restlichen Magnetflussdichte, die man bei 50 Hz und einer Magnetisierung von bis zu 1,4 T beobachtete. Die horizontale Achse ist der Si-Konzentrationsunterschied zwischen dem Maximum und dem Minimum, oder  $\Delta\text{Si}$ , der aus einer quantitativen Si-Analyse an einem Querschnitt einer Probe

mittels EPMA bestimmt wurde.

[0042] **Fig. 4** zeigt, dass das Erzeugen eines Si-Konzentrationsgradienten in der Blechdickenrichtung und die  $\Delta$ Si-Zunahme die restliche Magnetflussdichte monoton verringert. **Fig. 4** legt auch nahe, dass zum Absenken der restlichen Magnetflussdichte um 10% oder mehr, der  $\Delta$ Si-Wert notwendigerweise als 0,5% oder mehr ausgewählt werden muss.

[0043] Daher beinhaltet die Ausführungsform 2 das Erfordernis, einen Si-Konzentrationsgradienten zu erzeugen und eine minimale Si-Konzentration in der Nähe der Mitte der Blechdicke herzustellen, die um 0,5 Gew.-% oder mehr geringer ist als die Si-Konzentration in der Oberflächenschicht.

[0044] In jedem Fall ist das Verfahren zur Bestimmung der Si-Konzentration in der Dickenrichtung des Blechs nicht speziell beschränkt und EPMA ist bevorzugt.

[0045] Das Korn-orientierte Siliziumstahlblech gemäß der Ausführungsform 2 ist typischerweise eines mit einer Orientierung, wie einer Goss-Orientierung. Die Ausführungsform 2 ist dennoch nicht auf solche mit Orientierung beschränkt.

[0046] Da es für ein Goss-orientiertes Siliziumstahlblech als Basismaterial schwierig wird, eine Goss-Orientierung zu erzeugen, wenn die mittlere Si-Konzentration über die gesamte Blechdicke 3 Gew.-% oder weniger beträgt, ist die mittlere Si-Konzentration über die gesamte Blechdicke hinweg vorzugsweise etwa 3 Gew.-% oder mehr. Wenn andererseits die mittlere Si-Konzentration über die gesamte Blechdicke hinweg zunimmt, erhöht sich der Si-Gehalt in der Oberflächenschicht bei verschlechterter Verarbeitbarkeit. Unter dem Gesichtspunkt der Verarbeitbarkeit beträgt die Oberflächen-Si-Konzentration vorzugsweise 7,5 Gew.-% oder weniger und somit die mittlere Si-Konzentration vorzugsweise 7 Gew.-% oder weniger. Dementsprechend spezifiziert die vorliegende Erfindung einen bevorzugten Wert für die mittlere Si-Konzentration auf einen Bereich von 3 bis 7 Gew.-% und ferner eine bevorzugte Si-Konzentration in der Oberflächenschicht mit 7,5 Gew.-% oder weniger.

[0047] Gemäß der Ausführungsform 2 sind andere enthaltene Elemente als Si nicht genauer spezifiziert und diese anderen Elemente sind annehmbar, wenn sie nur in einer Menge auftreten, die in gewöhnlichen Korn-orientierten Siliziumstahlblechen erscheint.

#### Beispiel

[0048] Ein Korn-orientiertes Siliziumstahlblech mit einer Dicke von 0,3 mm, einer Goss-Orientierung und einer in Tabelle 1 angegebenen Zusammensetzung wurde durch Silizieren und Diffusion in einer kontinuierlichen Silizierungsproduktionsstrasse behandelt, um eine Si-Konzentration in der Dickenrichtung des Blechs zu erzeugen. Die eingesetzte Silizierungsstrasse umfasste Heiz-, Silizierungs-, Diffusions- und Kühlzonen und eine Isolierungsfilm-Beschichtungseinheit. In der Silizierungsstrasse wurde das Blech auf 1.200°C erhitzt, dann mit  $\text{SiCl}_4$  umgesetzt zur Bildung von  $\text{Fe}_3\text{Si}$  auf der Oberfläche des Stahlblechs, gefolgt von Diffusions-Eintauchen, um Si in den Zentralabschnitt der Blechdicke diffundieren zu lassen und einen Si-Konzentrationsgradienten zu erzeugen. Während der Behandlung änderte man die Konzentration an  $\text{SiCl}_4$ -Gas und die Eintauchzeit, um Stahlbleche mit unterschiedlichen Si-Profilen herzustellen. Alle Stahlbleche enthielten ähnliche Zusammensetzungen aus anderen Elementen als Si vor und nach der Silizierung.

Tabelle 2

<b>C</b>	<b>Si</b>	<b>Mn</b>	<b>S</b>	<b>lösliches Al</b>	<b>N</b>
<b>Gew.-%</b>	<b>Gew.-%</b>	<b>Gew.-%</b>	<b>Gew.-%</b>	<b>Gew.-%</b>	<b>Gew.-%</b>
0,002	3,25	0,074	0,024	0,029	0,0086

[0049] Aus jedem der so hergestellten Siliziumbleche stellte man einen Transformator mit 50 Hz, einer einzelnen Phase und 1 kVA Kapazität her und bestimmte den Einschaltstromstoss unter Phasenkontrolle. Die beobachteten Werte für die restliche Magnetflussdichte, die Magnetflussdichte B8 und den Einschaltstromstoss werden in Tabelle 2 gezeigt. Die restliche Magnetflussdichte war der Wert, den man bei 50 Hz und einer Magnetisierung bis zu 1,4 T beobachtete. Der Einschaltstromstoss war der Wert, den man bestimmte, wenn der Transformator bis zu 1,4 T magnetisiert war, und wurde über das Verhältnis zu dem abgeschätzten Strom ausgedrückt. Die Tabelle 3 zeigt die beobachteten Werte für  $\Delta$ Si, die Si-Konzentration in der Oberflächenschicht, die mittlere Si-Konzentration, die restliche Magnetflussdichte, die Magnetflussdichte B8 und das Einschaltstromstossverhältnis.

Tabelle 3

Nr.	Beispiel	$\Delta\text{Si}$ (Gew.-%)	Si-Gehalt in der Ober- flächen- schicht (Gew.-%)	Mitt- lerer Si- Gehalt (Gew.-%)	Rest- liche Mag- net- fluss- dichte (T)	Mag- net- fluss- dichte B8 (T)	Ein- schalt- strom- stoss- ver- hält- nis
1	Vergleichs- material	0,3	6,65	6,43	1,02	1,74	23
2	Erfindungs- gemäßes Material	1,6	6,61	5,64	0,70	1,80	7
3	Erfindungs- gemäßes Material	2,1	7,93	6,78	0,59	1,78	5
4	Erfindungs- gemäßes Material	2,0	6,01	4,96	0,60	1,86	5
5	Erfindungs- gemäßes Material	0,6	5,31	4,96	0,93	1,87	11

[0050] Tabelle 3 belegt, dass Bedingungen, welche den erfindungsgemäßen Bereich erfüllen, eine geringe restliche Magnetflussdichte ergeben, so dass die Einschaltstromstosseigenschaften überlegen sind. Folglich wurde belegt, dass die vorliegende Erfindung ein Korn-orientiertes Siliziumstahlblech für Transformatoren bereitstellt, das einen geringen Einschaltstromstoss ergibt. Die Probe mit der Nummer 3 in der Tabelle 2 zeigte aufgrund ihres großen Si-Gehalts eine schlechtere Bearbeitbarkeit.

### Patentansprüche

1. Siliziumstahlblech mit einer geringen restlichen magnetischen Flußdichte, wobei das Siliziumstahlblech umfaßt:

Fe als Basiselement;

Si als Legierungselement;

einen Konzentrationsgradienten des Si über die gesamte Dickenrichtung des Stahlblechs, wobei der Gradient eine maximale Si-Konzentration und eine minimale Si-Konzentration aufweist;

eine mittlere Si-Konzentration von maximal 7 Gew.-%; und

einen Unterschied zwischen der maximalen

Si-Konzentration und der minimalen Si-Konzentration von mindestens 0,5 Gew.-%.

2. Siliziumstahlblech gemäß Anspruch 1, worin der Unterschied zwischen der maximalen Si-Konzentration und der minimalen Si-Konzentration mindestens 5,5 Gew.-% beträgt.

3. Siliziumstahlblech gemäß Anspruch 1, worin die mittlere Si-Konzentration maximal 3,5 Gew.-% beträgt.

4. Siliziumstahlblech gemäß Anspruch 1, worin der Unterschied zwischen der maximalen Si-Konzentration und der minimalen Si-Konzentration von 0,5 bis 5,5 Gew.-% beträgt.

5. Siliziumstahlblech gemäß Anspruch 1, worin das Siliziumstahlblech ein Korn-orientiertes Siliziumstahlblech mit einer Goss-Orientierung  $\{(110)\langle 001 \rangle\}$  ist;

das Siliziumstahlblech eine Oberflächenschicht und einen Zentralabschnitt in Dickenrichtung aufweist, wobei die Si-Konzentration in der Oberflächenschicht höher ist als die Si-Konzentration im Zentralabschnitt; und der Unterschied in der Si-Konzentration zwischen der Oberflächenschicht und dem Zentralabschnitt mindestens 0,5 Gew.-% beträgt.

6. Siliziumstahlblech gemäß Anspruch 5, worin die Si-Konzentration in der Oberflächenschicht maximal 7,5 Gew.-% beträgt.

7. Siliziumstahlblech gemäß Anspruch 5, worin die mittlere Si-Konzentration in der Dickenrichtung von 3

DE 698 20 587 T2 2004.10.07

bis 7 Gew.-% beträgt.

Es folgen 4 Blatt Zeichnungen

FIG. 1

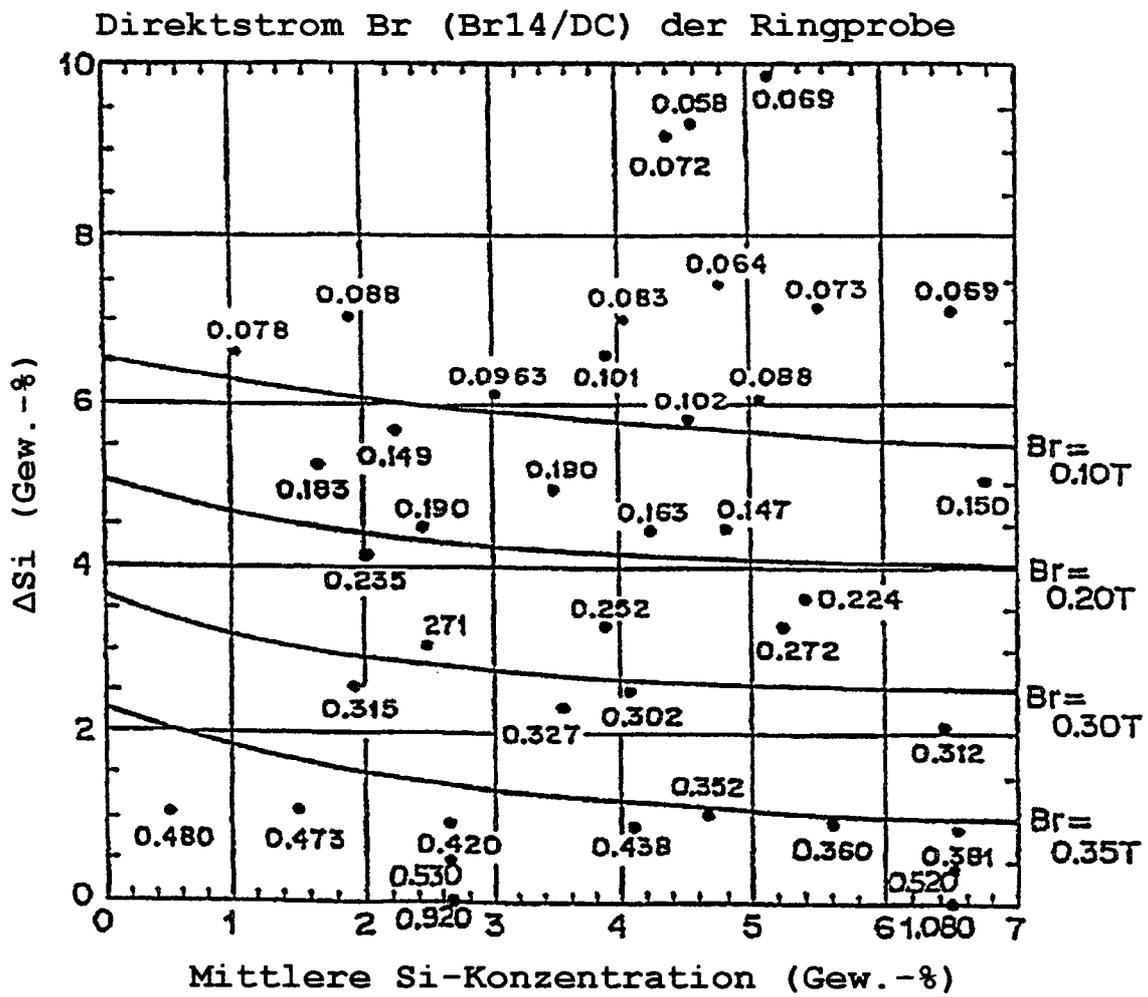


FIG. 2

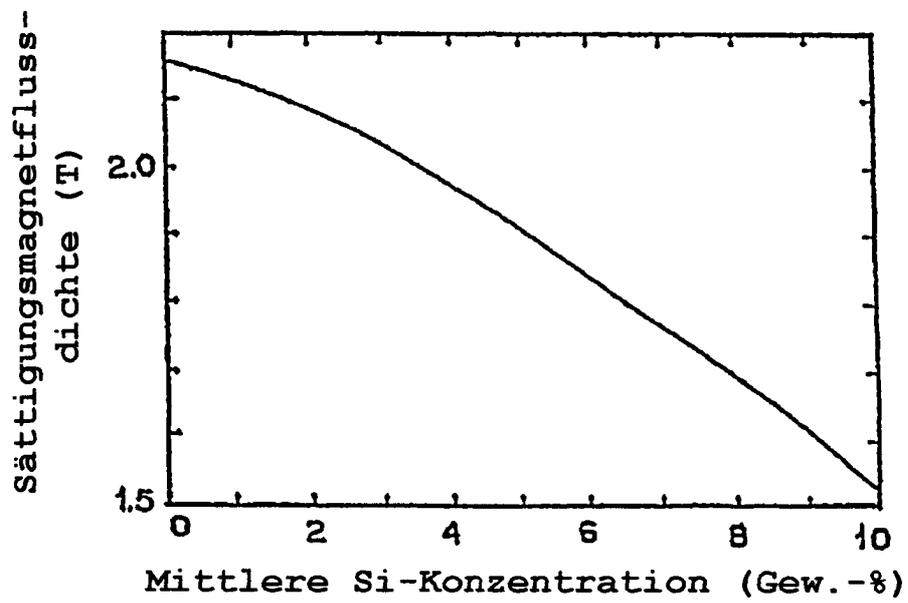
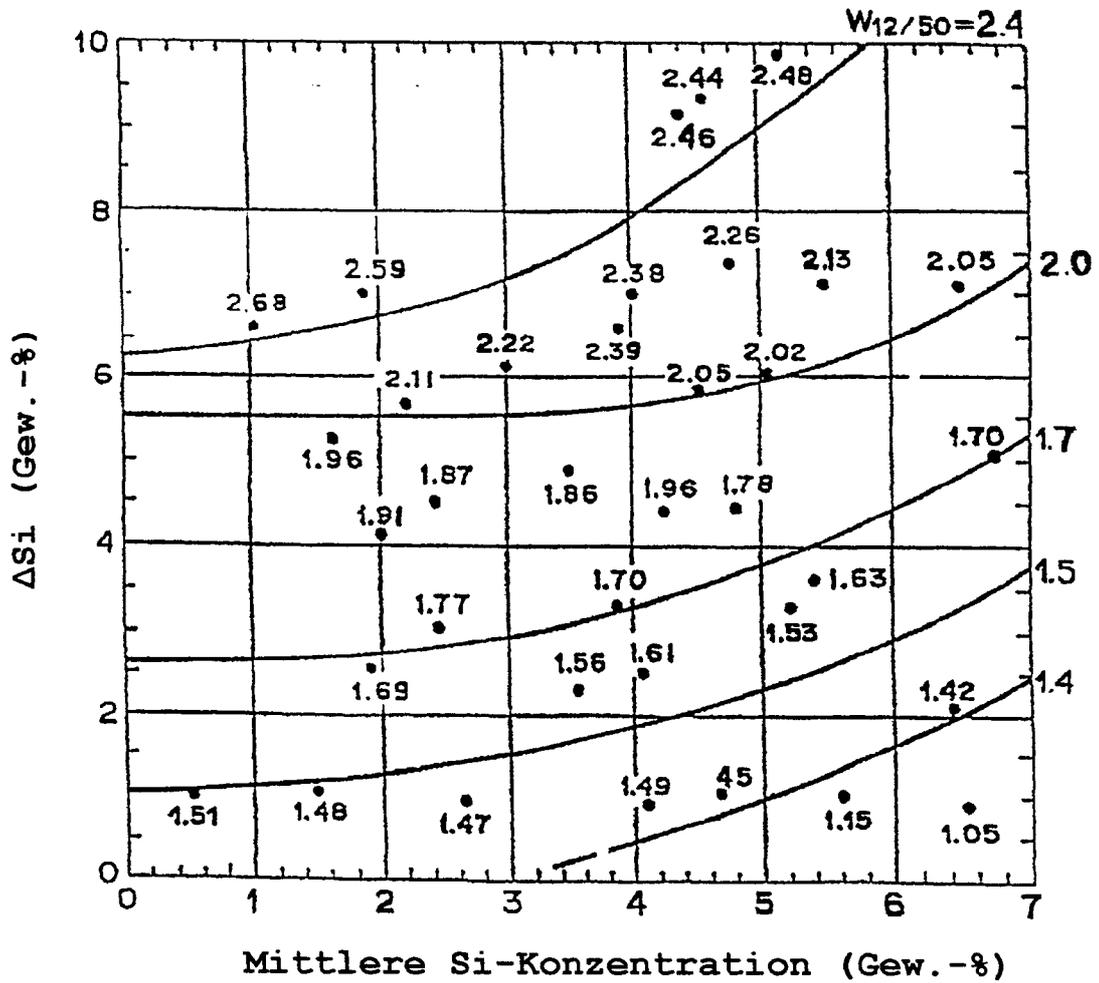


FIG. 3

Eisenverlust W12/50 der Ringprobe



**FIG. 4**

