



(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 88109337.1

(51) Int. Cl.⁴: H01B 3/00, H01F 1/18,
H02K 1/04, B05D 5/12,
B32B 15/04, C09D 5/25

(22) Anmeldetag: 11.06.88

(30) Priorität: 17.06.87 DE 3720217

(71) Anmelder: STAHLWERKE BOCHUM
AKTIENGESELLSCHAFT
Postfach 10 24 29
D-4630 Bochum 1(DE)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
11.01.89 Patentblatt 89/02

(72) Erfinder: Domes, Heribert
Sudetenstrasse 27
D-6292 Weilmünster 1(DE)

(34) Benannte Vertragsstaaten:
BE DE ES FR GB IT SE

(74) Vertreter: Rieger, Harald, Dr.
Reuterweg 14
D-6000 Frankfurt am Main(DE)

(54) Verfahren zur Erzeugung elektrisch isolierender Überzüge auf Metalloberflächen.

(57) Bei einem Verfahren zur Erzeugung von elektrisch isolierenden Überzügen auf Metalloberflächen, insbesondere von siliziumhaltigem Stahl, trägt man auf die Metalloberfläche eine wässrige Zubereitung, die

0,1 bis 40 Gew.-Teile Borat und
0,1 bis 20 Gew.-Teile organisches Amin.

a) mit Wasser verdünnbares Kunsthärz
b) dispergierte, wachsartige Substanz mit einer Partikelgröße von 0,1 bis 20 µm und einem Schmelzpunkt von 80 bis 250 °C
c) anorganisches und/oder organisches Pigment
d) Borat
e) Alkalihydroxid und/oder Ammoniak

A1 und/oder organisches Amin zur Einstellung eines pH-Wertes von 7 bis 9 enthält und frei von Fluorid ist, in einer Menge von 0,5 bis 20 g/m² (ber. als Trockensubstanz) auf und trocknet den feuchten Film anschließend bei 120 bis 350 °C (Objekttemperatur) 1 Stunde bis 5 sec auf.

Eine besonders geeignete Zubereitung enthält, bezogen auf 100 Gew.-Teile Kunsthärz,

EP 0 298 277 A1
0,1 bis 40 Gew.-Teile dispergierte wachsartige Substanz
1 bis 60 Gew.-Teile anorganisches und/oder organisches Pigment

Verfahren zur Erzeugung elektrisch isolierender Überzüge auf Metalloberflächen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Erzeugung von elektrisch isolierenden Überzügen auf Metalloberflächen sowie dessen Anwendung auf die Erzeugung von elektrisch isolierenden Überzügen auf Metalloberflächen aus siliziumhaltigem Stahl.

Es ist bekannt, bei der Herstellung von Magnetkernen für z.B. Elektromotoren, Transformatoren und dergleichen Elektroblech mit Isolierüberzügen zu versehen, anschließend zu stanzen, die Stanzabschnitte zu stapeln und gegebenenfalls an den Schnittkanten miteinander zu verschweißen.

Derartige Isolierschichten können anorganischer sowie organischer Natur sein und beispielsweise mittels Chromsäure und/oder Phosphorsäure bzw. Phosphat enthaltender Behandlungsflüssigkeiten gebildet werden. Obgleich deren Isolierwirkung meist von zufriedenstellender Qualität ist, ist der Verschleiß der Stanzwerkzeuge im allgemeinen vergleichsweise hoch. Chromsäure ist zudem unter dem Aspekt der Arbeitsplatzhygiene und des Umweltschutzes unerwünscht.

Eine andere Kategorie von Isolierüberzügen, die durch Applikation von Behandlungsflüssigkeiten auf Basis organischer Harze, gegebenenfalls mit anorganischen Zusätzen, erzeugt werden, verlängert zwar häufig die Werkzeugstandzeit, jedoch sind ihre Haftfestigkeit nach der Entspannungsglühung und ihr Einfluß auf die Ausbildung der Schweißnaht in der Regel unbefriedigend.

Eine weitere Art von Isolierschichten, die durch Applikation von Behandlungsflüssigkeiten auf Basis organischer Harze mit Fluoriden von mehrwertigen Metallen, insbesondere Aluminiumfluorid, gebildet werden, ist in der Isolationsdicke bezüglich ihrer befriedigenden Schweißbarkeit sehr begrenzt. Weiterhin ist nicht auszuschließen, daß Kombinationen von organischen Harzen mit Fluoriden mehrwertiger Metalle durch Verbrennen der Isolationsschicht, wie dies beim Schweißvorgang üblich ist, umweltschädigende Stoffe freisetzen (EP - A - 209 940).

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Erzeugung von elektrisch isolierenden Überzügen auf Metalloberflächen, insbesondere von siliziumhaltigem Stahl, bereitzustellen, das die Nachteile der vorgenannten Verfahren des Standes der Technik nicht aufweist.

Die Aufgabe wird gelöst, indem das Verfahren der eingangs genannten Art entsprechend der Erfindung derart ausgestaltet wird, daß man auf die Metalloberfläche eine wäßrige Zubereitung, die

a) mit Wasser verdünntbares Kunstharz

b) dispergierte, wachsartige Substanz mit einer Partikelgröße von 0,1 bis 20 μm und einem Schmelzpunkt von 80 bis 250 °C

c) anorganisches und oder organisches Pigment

d) Borat

e) Alkalihydroxid und/oder Ammoniak

5 und/oder organisches Amin zur Einstellung eines pH-Wertes von 7 bis 9 enthält und frei von Fluorid ist, in einer Menge von 0,5 bis 20 $\text{g}\cdot\text{m}^{-2}$ (ber. als Trockensubstanz) aufträgt und den feuchten Film anschließend bei 120 bis 350 °C (Objekttemperatur) 1 Stunde bis 5 sec aufrocknet.

10 Der Begriff "Aufrocknen" bedeutet dabei zunächst Verdampfung des Lösungsmittels der Zubereitung und schließt nicht aus, daß parallel hierzu z.B. chemische Reaktionen innerhalb der Komponenten oder zwischen den Komponenten der Zubereitung, wie z.B. Vernetzungs-Aushärtungsreaktionen und dergl., sowie zwischen den Komponenten und der Metalloberfläche stattfinden.

15 Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich für die Behandlung von Oberflächen unterschiedlichster Metalle. Besondere Bedeutung hat es jedoch für die Erzeugung von Überzügen auf Eisen und Eisenlegierungen, insbesondere solchen mit Silizium als Legierungsbestandteil, und anderen als Magnetwerkstoffe bekannten Substraten. Üblicherweise liegt das zu isolierende Material als Blech in Form von Band oder Tafeln vor. Das erfindungsgemäße Verfahren ist jedoch auch auf anders geformte Werkstücke anwendbar.

20 Wesentlicher Bestandteil der nach dem erfindungsgemäßen Verfahren anzuwendenden wäßrigen Zubereitung ist ein mit Wasser verdünntbares Kunstharz. Geeignete Harze sind Polyester-, Polyamid-, Epoxy-, Phenol-, Melaminharz und/oder Latices auf Basis Acrylsäure, Maleinsäureester, Styrol, Butadien, Ethylen- und/oder Vinylacetat. Die Verdünnbarkeit mit Wasser wird durch das Vorhandensein neutralisierbarer saurer Gruppen und/oder durch die Gegenwart geeigneter Emulgatoren erreicht. Besonders vorteilhaft hat sich ein Alkylphenol-modifiziertes Polyesterharz mit einer Säurezahl von 90 bis 110 und einem Molekulargewicht von 7 000 bis 15 000 erwiesen.

25 Als dispergierte, wachsartige Substanz können Polyethylen, Polypropylen, Polytetrafluorethylen und/oder Polyamid verwendet werden. Besonders günstige Überzugseigenschaften werden mit mikronisiertem Polyethylenwachs erzielt. Der Schmelzpunkt des Wachses wird bevorzugt so ausgewählt, daß sich zumindest ein Teil des Wachses während der Erhitzungsphase verflüssigt. Die Wachskomponente liefert einen wesentlichen Beitrag zur guten Stanzbarkeit von mit dem erfindungsgemäßen Verfahren beschichtetem Blech.

30 Aufgabe des anorganischen und/oder organi-

schen Pigmentes ist, die elektrischen Isoliereigenschaften zu erhöhen und das Verschweißen von ausgestanzten Blechpaketen in der Weise, daß eine Schweißraupe über die aufeinanderliegenden Schnittkanten gelegt wird, zu verbessern. So kann die Schweißgeschwindigkeit zum Teil bis über 1500 mm/min gesteigert werden, ohne daß es zu Poren und Lunkern in der Schweißnaht und zu störenden Rußablagerungen zu beiden Seiten der Schweißnaht kommt. Ferner wird die Standzeit der Schweißelektroden erheblich verlängert.

Als Pigmente für das erfundungsgemäße Verfahren werden vorzugsweise Silikate, Talkum, aus Vinylgruppen bzw. substituierten Vinylgruppen gebildete Polymere und/oder Copolymerisate von Polyvinylidenchlorid bzw. Methylmethacrylat mit Acrylnitril verwendet. Die Teilchengröße liegt zwischen 0,1 und 50 μm , vorzugsweise zwischen 2 und 15 μm . Besonders vorteilhaft verhalten sich organische Polymerpigmente, die während des Erhitzens zu Partikelgrößen von 2 bis 40 μm expandieren.

Das in der erfundungsgemäßen Zubereitung verwendete Borat kann in Form von Borsäure oder ihres Alkalosalzes eingebracht werden. Die Bemessung erfolgt vorzugsweise so, daß 0,1 bis 20 Gew.-Teile Borat-Komponente, gerechnet als Borax, auf 100 Gew.-Teile Kunstharz entfallen. Bei dem Einbringen in Form von Alkaliborat erübrigt sich üblicherweise die Mitverwendung von Alkalihydroxid zur Herstellung der Zubereitung. Der Boratanteil hat einen günstigen Einfluß auf die Haftung des Überzuges nach thermischen Belastungen im Bereich von 500 bis 850 °C.

Als organisches Amin werden vorzugsweise ein oder mehrere Alkanolamine, z.B. Dimethylaminoethanol, und/oder Dimethylamin verwendet.

Die vorstehend genannten Komponenten liegen in der erfundungsgemäßen Zubereitung, bezogen auf 100 Gew.-Teile Kunstharz, vorzugsweise in folgenden Mengen vor:

0,1 bis 40 Gew.-Teile dispergierte wachsartige Substanz
1 bis 60 Gew.-Teile anorganisches und/oder organisches Pigment
0,1 bis 40 Gew.-Teile Borat und
0,1 bis 20 Gew.-Teile organisches Amin.

Nach einer weiteren Ausführungsform der Erfindung enthält die wässrige Zubereitung pyrogene Kieselsäure, die vorzugsweise in Mengen von 0,1 bis 40 Gew.-Teilen, bezogen auf 100 Gew.-Teile Kunstharz, angewendet wird. Diese Komponente verbessert die Überzugseigenschaften nach vorausgegangenen Glühoperationen und ermöglicht andererseits, das rheologische Verhalten der Zubereitung und des feuchten Films zu beeinflussen.

Zur Optimierung der Netz- und Verlaufseigenschaften der Zubereitung werden in ihr vorzugsweise Tenside mitverwendet. Hierbei hat sich die Dosievorschrift 0,1 bis 10, insbesondere 0,2 bis 3 Gew.-Teile, Tensid auf 100 Gew.-Teile Kunstharz als günstig erwiesen. Mit besonderem Vorteil werden hierfür oberflächenaktive Ethinverbindungen, z.B. tertärer Ethinglykol, eingesetzt, da sie eine günstige Kombination von Netz-, Dispergier- und Antischaumeigenschaften bieten.

Schließlich hat es sich als vorteilhaft erwiesen, den Zubereitungen Entschäumer, z.B. in Mengen von 0,1 bis 10, vorzugsweise 0,2 bis 4, Gew.-Teilen, bezogen auf 100 Gew.-Teile Kunstharz, zuzusetzen. Wässrige Behandlungsflüssigkeiten besitzen oft die Eigenschaft, unter Einwirkung von Scherkräften Luftblasen einzumulgieren. Diesem Effekt kann durch die Mitverwendung von Entschäumern, vorzugsweise auf Basis von Kohlenwasserstoffen, oxethylierten Verbindungen und siliziumhaltigen Komponenten, entgegengewirkt werden.

Die erfundungsgemäße Zubereitung wird üblicherweise mit einem Trockenrückstand von 10 bis 80 Gew.-%, Rest Wasser, eingesetzt. Ihr Auftrag auf die Metalloberfläche kann mit allen aus der Lackiertechnik bekannten Methoden, z.B. Tauchen, Spritzen, Fluten, Gießen, Streichen und Walzen, erfolgen. Bei der Beschichtung von Blech in Band- und Tafelform findet jedoch bevorzugt der Walzenauftrag Anwendung.

Das Erhitzen des feuchten Films zu seiner Trocknung und Formierung erfolgt ebenfalls in den aus der Lackiertechnik bekannten Einrichtungen.

Wegen der großen Bedeutung des erfundungsgemäßen Verfahrens für die Isolation von Band wird auf dieses Anwendungsgebiet im Folgenden ausführlicher eingegangen:

Die Schichtdicke des auf das Band applizierten feuchten Filmes der Behandlungsflüssigkeit und die daraus nach der Trocknung resultierende Schichtdicke der Isolationsschicht hängt insbesondere von dem in der Behandlungsflüssigkeit enthaltenen Trockenrückstand, der quantitativen Förderung der Behandlungsflüssigkeit durch die Walzenkombination des Lackierstuhles, insbesondere von dem Anpreßdruck der einzelnen Walzen gegeneinander, der Drehgeschwindigkeit der Applikationswalze im Verhältnis zur Geschwindigkeit der Stahlbänder, ab.

Bei Bandbeschichtungsverfahren kann beispielsweise die Beschichtung bei einer Bandgeschwindigkeit bis ca. 120 m/min und mehr erfolgen. Die anschließende Aufrocknung der Schicht geschieht bei 120 bis 350 °C (Objekttemperatur) zweckmäßigerweise im Durchlaufofen während 1 Stunde bis 5 sec. Dabei gilt für niedrige Temperaturen die längere und für höhere Temperaturen die

kürzere Zeit. Als Richtwert gilt etwa eine Verweilzeit im Ofen von 20 sec bei 300 °C.

Die Bänder können einseitig und/oder beidseitig mit Hilfe des vorgenannten Beschichtungssystems mit der genannten Behandlungsflüssigkeit in Kontakt gebracht werden.

Je nach Anwendungsfall werden die isolierten Bänder als Breitband und/oder mit Hilfe von Spaltanlagen, in Längsrichtung zerteilt, weiterverarbeitet. Bei der Herstellung von Spaltbändern bzw. Schmalbändern ist die besonders gute Haftfestigkeit sowie die Elastizität der aus der beschriebenen Behandlungsflüssigkeit resultierenden Isolationsschicht von Vorteil. Ein Abblättern der Isolierschicht würde zur Beschädigung der noch verbleibenden isolierten Fläche der Bänder führen.

Weiterhin ist die besonders gute Resistenz der beschriebenen Isolationsschicht gegen Korrosion während der Lagerung in Räumen mit besonders hoher Luftfeuchtigkeit vorteilhaft. Die Isolationsschicht verleiht dem Blech einen ausgezeichneten Schutz gegen Korrosion.

Aus den isolierten Bändern werden durch Stanzvorgänge Teile der unterschiedlichsten Geometrien gefertigt. Bei diesem Vorgang wirkt die beschriebene Isolationsschicht besonders vorteilhaft auf die Gleitfähigkeit der Stanzwerkzeuge. Dadurch wird der Verschleiß der Werkzeuge in erheblichem Maße verringert. Das bedeutet, die Zeiträume, nach denen ein Nachschärfen der Werkzeuge unumgänglich ist, werden entscheidend verlängert.

Während des Stanzvorganges ist die gute Haftfestigkeit der Isolationsschicht zum Blech sowie die gute Flexibilität von besonderem Vorteil, damit kein Abblättern sowie Stauben der Isolationsschicht diesen Arbeitsgang stört und die isolierende Eigenschaft durch die genannten Vorgänge vermindert werden.

Nach dem Stanzvorgang werden die Stanzteile gestapelt und vielfach an deren Seite verschweißt. Hierbei ist es von besonderem Vorteil, daß dieser Schweißvorgang durch die besondere Zusammensetzung der Isolationsschicht eine Schweißgeschwindigkeit von mehr als 1500 mm/min ohne Poren und/oder Lunkerbildung ermöglicht.

Das erfindungsgemäße Verfahren bietet u.a.

- eine hervorragende Isolation der Metalloberflächen gegen den Durchtritt elektrischer Ströme
- eine gute Stanzbarkeit der isolierten Bleche
- einen reduzierten Verschleiß der Stanzwerkzeuge
- eine gute Haftung der Überzüge während und nach mechanischer Beanspruchung
- eine hervorragende Schweißfähigkeit der mit dem Überzug versehenen und gestapelten Stanzabschnitte
- eine ausgezeichnete Haftung der nach einer Temperaturbeanspruchung zwischen 500 und 850 °C verbleibenden Überzüge

- Abwesenheit toxischer Bestandteile.

Weiterhin wird, bedingt durch die besondere Zusammensetzung der Isolationsschicht, eine mögliche Rußbildung, wie sie beim Verbrennen von organischen Isolationsanteilen entstehen kann, verhindert. Durch die speziellen Eigenschaften der Isolationsschicht wird ferner die Standzeit der Schweißelektroden im Vergleich zu üblichen Isolationen organischer Natur erheblich verlängert. Unter Standzeit der Elektroden versteht man die Arbeitszeit, nach der ein erneutes Anspitzen sowie Justieren der Elektrode unumgänglich ist.

Ein besonderer Vorteil der Erfindung besteht darin, daß auch bei sehr geringen Schichtdicken ein hervorragender elektrischer Oberflächenwiderstand der Bleche erzielt wird.

Durch die Eigenschaft der beschriebenen Isolation, nach dem Entspannungsglühen festhaftende Schichten aus Oxid und/oder Verbrennungsrückständen zu bilden, ist die besonders gute elektrische Isolation nach dem genannten Vorgang von besonderem Vorteil.

Die bevorzugt vorgesehene Arbeitsweise mit Freiheit der Behandlungsflüssigkeit von Chromverbindungen, insbesondere von Chromatverbindungen, sowie organischem Lösungsmittel hat zudem den Vorteil, daß eine Beeinträchtigung der Umwelt vermieden wird und auf besondere Vorsichtsmaßnahmen bei der Bandbehandlung verzichtet werden kann.

Die Erfindung wird anhand der Beispiele beispielweise und näher erläutert.

35 Beispiel 1

100 Gew.-Teile eines Alkylphenol-modifizierten Polyesterharzes (SZ: ca. 100; MG: ca. 10 000) wurden mit 8 Gew.-Teilen eines mikronisierten Polyethylenwachses, 12,0 Gew.-Teilen Copolymerisat von Methylmethacrylat/Acrylnitril in Kugelform (mittlerer Teilchendurchmesser 10 µm), 7 Gew.-Teilen Natriumborat (berechnet als $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$), 8,0 Gew.-Teilen eines Alkanolamins, 6,5 Gew.-Teilen pyrogener Kieselsäure, 2,5 Gew.-Teilen eines Gemisches aus Stoffen mit grenzflächenaktiven Eigenschaften, bestehend aus Ethinglykol, Kohlenwasserstoffen, oxethylierten Verbindungen und siliciumhaltigen Komponenten, und 170 Gew.-Teilen vollentsalztem Wasser gemischt.

Diese Zubereitung wurde auf die Oberfläche eines Si-legierten Elektro-Stahlbleches mit einer Nenndicke von 0,5 mm (Sorte V 700-50 A nach DIN 46400 Teil 1) mit Hilfe einer Gummwalze beidseitig aufgetragen. Zur Aufrocknung der Beschichtung erfolgte anschließend eine Behandlung der beschichteten Bleche bei einer Temperatur von 300 °C innerhalb eines Zeitraumes von 20 sec. Die

durchschnittliche Trockenschichtdicke betrug 1 μm $\pm 0,5 \mu\text{m}$.

Die Qualität der erzeugten Isolierschicht ergibt sich aus der nachfolgenden Tabelle.

Beispiel 2

Es wurde die gleiche Behandlungsflüssigkeit wie im Beispiel 1 mit einem Si-legierten Elektro-Stahlblech in Kontakt gebracht. Die Verarbeitung erfolgte ebenfalls unter den Bedingungen des Beispiels 1. Die durchschnittliche Trockenschichtdicke betrug 4 $\mu\text{m} \pm 0,5 \mu\text{m}$.

Die Qualität der erzeugten Isolierschicht ergibt sich aus der nachfolgenden Tabelle.

Beispiel 3

Es wurden 45 Gew.-Teile eines Alkylphenol-modifizierten Polyesterharzes (wie im Beispiel 1) mit 25 Gew.-Teilen eines Acrylatharzes, 30 Gew.-Teilen eines teilhydroximethylierten Melaminharzes, 8 Gew.-Teilen eines mikronisierten Polyethylenwachs, 12,0 Gew.-Teilen Copolymerisat von Methylmethacrylat/Acrylnitril in Kugelform (mittlerer Teilchendurchmesser 10 μm), 7,0 Gew.-Teilen Natriumborat (berechnet als $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), 8,0 Gew.-Teilen eines Alkanolamins, 6,5 Gew.-Teilen pyrogener Kieselsäure, 2,5 Gew.-Teilen eines Gemisches aus Stoffen mit grenzflächenaktiven Eigenschaften, bestehend aus Ethinglykol, Kohlenwasserstoffen, oxethylierten Verbindungen und siliciumhaltigen Komponenten, und 170 Gew.-Teilen vollentsalztem Wasser gemischt.

Die Verarbeitung erfolgte ebenfalls unter den Bedingungen des Beispiels 1.

Die durchschnittliche Trockenschichtdicke betrug 1,0 $\mu\text{m} \pm 0,5 \mu\text{m}$.

Die Qualität der erzeugten Isolierschicht ergibt sich aus der nachfolgenden Tabelle.

Beispiel 4

100 Gew.-Teile eines Alkylphenol-modifizierten Polyesterharzes (siehe Beispiel 1) wurden mit 8,0 Gew.-Teilen mikronisierten Polyethylenwachs, 3,0 Gew.-Teilen Copolymerisat von Methylmethacrylat/Acrylnitril in Kugelform (mittlerer Teilchendurchmesser 10 μm), 9,0 Gew.-Teilen eines Schichtsilikates (mittlerer Teilchendurchmesser 10 μm), 7,0 Gew.-Teilen Natriumborat (berechnet als $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), 8,0 Gew.-Teilen eines Alkanolamins, 6,5 Gew.-Teilen pyrogener Kieselsäure, 2,5 Gew.-Teilen eines Gemisches aus Stoffen mit grenzflächenaktiven Eigenschaften, bestehend aus

Ethinglykol, Kohlenwasserstoffen, oxethylierten Verbindungen und siliciumhaltigen Komponenten, und 170 Gew.-Teilen vollentsalztem Wasser gemischt.

Die Verarbeitung erfolgte ebenfalls unter den Bedingungen des Beispiels 1.

Die durchschnittliche Trockenschichtdicke betrug 1,0 $\mu\text{m} \pm 0,5 \mu\text{m}$.

Die Qualität der erzeugten Isolierschicht ergibt sich aus der nachfolgenden Tabelle.

10

Vergleichsbeispiel 1

100 Gew.-Teile eines Alkylphenol-modifizierten Polyesterharzes (wie im Beispiel 1) wurden mit 8 Gew.-Teilen eines mikronisierten Polyethylenwachs, 12,0 Gew.-Teilen eines Copolymerisats von Methylmethacrylat/Acrylnitril in Kugelform (mittlerer Teilchendurchmesser 12 μm), 20 Gew.-Teilen Aluminiumfluorid (berechnet als $\text{AlF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), 7 Gew.-Teilen Natriumborat (berechnet als $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, 14 Gew.-Teilen Dimethylethanolamin und 115 Gew.-Teilen vollentsalztem Wasser gemischt.

Die Verarbeitung erfolgte unter den Bedingungen des Beispiels 1.

Die durchschnittliche Trockenschichtdicke betrug 1,0 $\mu\text{m} \pm 0,5 \mu\text{m}$.

Die Qualität der erzeugten Isolierschicht ergibt sich aus der nachfolgenden Tabelle.

20

Vergleichsbeispiel 2

100 Gew.-Teile eines Alkylphenol-modifizierten Polyesterharzes (wie im Beispiel 1) wurden mit 8,0 Gew.-Teilen eines mikronisierten Polyethylenwachs, 7,0 Gew.-Teilen Natriumborat (berechnet als $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), 8,0 Gew.-Teiles eines Alkanolamins, 2,5 Gew.-Teilen eines Gemisches aus Stoffen mit grenzflächenaktiven Eigenschaften, bestehend aus Ethinglykol, Kohlenwasserstoffen, oxethylierten Verbindungen und siliciumhaltigen Komponenten, und 170 Gew.-Teilen vollentsalztem Wasser gemischt.

Die Verarbeitung erfolgte ebenfalls unter den Bedingungen des Beispiels 1.

Die durchschnittliche Trockenschichtdicke betrug 1,0 $\mu\text{m} \pm 0,5 \mu\text{m}$.

Die Qualität der erzeugten Isolierschicht ergibt sich aus der nachfolgenden Tabelle.

30

Vergleichsbeispiel 3

100 Gew.-Teile eines Alkylphenol-modifizierten Polyesterharzes (wie im Beispiel 1) wurden mit 8,0 Gew.-Teilen eines mikronisierten Polyethylenwachs, 20 Gew.-Teilen Aluminiumfluorid (berechnet

als $\text{AlF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), 7,0 Gew.-Teilen Natriumborat (berechnet als $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), 15 Gew.-Teilen eines Alkanolamins, 2,5 Gew.-Teilen eines Gemisches aus Stoffen mit grenzflächenaktiven Eigenschaften, bestehend aus Ethinglykol, Kohlenwasserstoffen, oxethylierten Verbindungen und silyciumhaltigen Komponenten, und 170 Gew.-Teilen vollentsalztem Wasser gemischt.

Die Verarbeitung erfolgte ebenfalls unter den Bedingungen des Beispiels 1.

Die durchschnittliche Trockenschichtdicke betrug $1,0 \mu\text{m} \pm 0,5 \mu\text{m}$.

Die Qualität der erzeugten Isolierschicht ergibt sich aus der nachfolgenden Tabelle.

Erklärung der Tabelle

Die nachfolgende Tabelle enthält die mit den einzelnen Beispielen erzielten Ergebnisse.

Zeile 2 gibt die Stabilität der Behandlungsflüssigkeit nach einer Lagerzeit unter Normalbedingungen von mehr als 4 Wochen an. Visuell beurteilt wurde die Homogenität der Behandlungsflüssigkeit. Weiterhin wurde die Viskosität nach DIN 53211, 4 mm B sofort nach der Herstellung bestimmt. Dieser Wert wurde nach einer Lagerzeit der Behandlungsflüssigkeit von mehr als 4 Wochen mit dem danach gemessenen Wert verglichen.

Zeile 3 gibt die Trockenschichtdicke der aus den Behandlungsflüssigkeiten resultierenden Isolationsschichten an, unter denen die Prüfergebnisse ermittelt wurden. Es handelt sich um einen Durchschnittswert von 20 bis 50 Einzelmessungen.

In Zeile 4 ist der interlaminare Übergangswiderstand in $\text{Ohm} \cdot \text{cm}^2$ bei einem Anpreßdruck von $100 \text{ N} \cdot \text{cm}^2$ einer Elektrodenfläche von 4 cm und einer Spannung von 100 mV für die doppelte, auf dem Elektroblech befindliche Isolierschicht vor dem Glühen angegeben. Die Beurteilung mit R 50 bedeutet, daß 50 % der Meßwerte über dem angegebenen Widerstandswert liegen.

In Zeile 5 ist der Übergangswiderstand wie für Zeile 4 erläutert, jedoch nach dem Glühen der Isolationsschicht während einer Stunde bei 600°C in Luft.

Das Haftvermögen, das gleichzeitig auch eine Aussage über das Dehnvermögen der Schicht beinhaltet, gemäß Zeile 6 wurde durch Biegeversuche um den konischen Dorn ermittelt.

In Zeile 7 ist die Fläche angegeben, die nach der Glühung während einer Stunde bei 600°C in Luft durch Aufbringen und Abreißen von einem Klebeband noch als festhaftende Isolation die Oberfläche des Stahlbleches bedeckt.

In Zeile 8 ist die korrosionsschützende Eigenschaft der Isolationsschicht auf Stahlblechen genannt. Die Bestimmung erfolgte durch den Kli-

mawechseltest gemäß DIN 50017, bei dem das beschichtete Blech zunächst 8 Stunden einer Atmosphäre von 40°C und 100 % relativer Luftfeuchtigkeit und anschließend 16 Stunden normalem Raumklima ausgesetzt wurde.

Beim Gitterschnitt gemäß Zeile 9 werden durch bis auf die Metallocberfläche gehende Kreuzschnitte 1 mm^2 große Felder geschaffen. Durch Aufbringen und Abreißen von einem Klebeband werden dann die beschädigten bzw. abgelösten Felder ermittelt. Diese Bestimmung wurde nach DIN 53151 durchgeführt.

Zur Ermittlung der Lösemittelbeständigkeit gemäß Zeile 10 wurde ein mit Methylenechlorid (CH_2Cl_2) getränkter Wattebausch 50 x über eine bestimmte Stelle der Isolierschicht geführt und eine eventuelle Veränderung bewertet.

Zeile 11 gibt die zulässige Geschwindigkeit an, mit der bei einem Preßdruck des Blechstapels von $250 \text{ N} \cdot \text{cm}^2$ und einer Stromstärke von 90 bis 120 A unter Argonatmosphäre eine einwandfreie, porenfreie Schweißnaht gezogen werden kann.

Zeile 12 beschreibt den Anteil einer Rußentwicklung, wie sie beim Verbrennen von organischen Stoffen vorkommen kann, der sich an den Rändern der Schweißnähe niederschlägt.

In Zeile 13 wird die Stabilität der Schweißelektrode beim Verschweißen der isolierten und gestapelten Stanzteile angegeben. Die Angaben enthalten indirekt auch eine Aussage über die mögliche Länge der erzielbaren Schweißstrecke, ohne daß ein Nachschleifen und/oder Nachjustieren der Elektrode notwendig ist.

Wie sich aus der Tabelle ergibt, sind die Ergebnisse bezüglich Übergangswiderstand vor und nach dem Glühen (Zeilen 4 und 5), Haftvermögen vor und nach dem Glühen (Zeilen 6 und 7), Gitterschnitt (Zeile 9), Beständigkeit gegen organisches Lösungsmittel (Zeile 10) übereinstimmend gut. Gegenüber den Vergleichsbeispielen 1 und 3 zeigen die Beispiele 1 bis 4 eine hervorragende Stabilität der Behandlungsflüssigkeiten bezüglich Homogenität und Viskosität (Zeile 2) sowie Korrosionsbeständigkeit (Zeile 8).

In Zeile 11 ist durch die Beispiele 1, 3 und 4 eine ausgezeichnete Schweißgeschwindigkeit dokumentiert, bei der porenfreie Schweißnähte gezogen werden können. Das Beispiel 2 zeigt, daß bei einer Dicke der Isolationsschicht von $4 \mu\text{m} \pm 0,5 \mu\text{m}$ noch eine hohe Schweißgeschwindigkeit mit porenfreier Schweißnaht resultiert im Vergleich zu den Vergleichsbeispielen 2 und 3. Das Vergleichsbeispiel 1 zeigt vergleichsweise zu Beispiel 2 eine hohe Schweißgeschwindigkeit, jedoch ist diese nur bei sehr dünnen Isolationsdicken von $1 \mu\text{m} \pm 0,5 \mu\text{m}$ zu erreichen. Das Vergleichsbeispiel 1 zeigt weiterhin bezüglich Stabilität der Behandlungsflüssigkeit sowie Korrosionsschutz weitere ent-

scheidende Nachteile im Vergleich zu den Beispielen 1 bis 4.

Die Rußentwicklung (Zeile 12) ist in den Vergleichsbeispielen 2 und 3 sehr groß gegenüber den Beispielen 1 bis 4. Ebenso ist die Elektrodenstabilität der Vergleichsbeispiele 2 und 3 sehr gering im Vergleich zu den Beispielen 1 bis 4. Bezuglich der Schweißbarkeit zeigt die Tabelle, daß im Vergleich insbesondere gegenüber den Vergleichsbeispielen 2 und 3 die Erfindung einen besonderen Vorteil bietet.

Die Ergebnisse der Beispiele 1 bis 4 zeigen, daß im Unterschied zu den Vergleichsbeispielen 1 bis 3 die Erfindung sämtliche guten Eigenschaften, wie sie für elektrisch isolierende Schichten auf Stahlblechen zur Herstellung von Magnetkernen wünschenswert sind, in sich vereint.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

T A B E L L E

1 Eigenschaften	Beispiel 1	Beispiel 2	Beispiel 3	Beispiel 4	Vergleichsbeispiel 1	Vergleichsbeispiel 2	Vergleichsbeispiel 3
2 Stabilität der Behandlungslösigkeit	sehr gut	schlecht					
3 Trockenschichtdicke	$1 \mu\text{m} \pm 0,5$	$4 \mu\text{m} \pm 0,5$	$1 \mu\text{m} \pm 0,5$				
4 Übergangswiderstand vor dem Glühen	$R 50 > 10^2$	$R 50 > 10^6$	$R 50 > 10^2$				
5 Übergangswiderstand nach dem Glühen	$R 50 > 10^2$	$R 50 > 10^6$	$R 50 > 10^2$				
6 Haftvermögen vor dem Glühen	$\leq 3 \text{ mm}$						
7 Nach dem Glühen haftende Fläche	100 %	100 %	100 %	100 %	100 %	100 %	100 %
8 Korrosionsbeständigkeit, Beurteilung nach DIN 53210	R1 O						
9 Gitterschnitt DIN 23151	GT O						
10 Beständigkeit gegen org. Lösungsmittel	keine Veränderung						
11 Schweißgeschwindigkeit	$> 1500 \text{ mm/min}$	$> 1000 \text{ mm/min}$	$> 1500 \text{ mm/min}$	$> 1500 \text{ mm/min}$	$> 1250 \text{ mm/min}$	$< 300 \text{ mm/min}$	$< 750 \text{ mm/min}$
12 Rostentwicklung	sehr gering	gering	sehr gering	sehr gering	sehr gering	stark	stark
13 Elektrodenstabilität	sehr gut	gut	sehr gut	sehr gut	mittel	schlecht	schlecht

Ansprüche

1. Verfahren zur Erzeugung von elektrisch isolierenden Überzügen auf Metalloberflächen, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Metalloberfläche eine wäßrige Zubereitung, die

- a) mit Wasser verdünnbares Kunstharsz
- b) dispergierte, wachsartige Substanz mit einer Partikelgröße von 0,1 bis 20 μm und einem Schmelzpunkt von 80 bis 250 °C
- c) anorganisches und/oder organisches Pigment
- d) Borat
- e) Alkalihydroxid und/oder Ammoniak und/oder organisches Amin zur Einstellung eines pH-Wertes von 7 bis 9

enthält und frei von Fluorid ist, in einer Menge von 0,5 bis 20 g/m² (ber. als Trockensubstanz) aufträgt und den feuchten Film anschließend bei 120 bis 350 °C (Objekttemperatur) 1 Stunde bis 5 sec aufträgt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Metalloberfläche eine wäßrige Zubereitung aufträgt, die als Kunstharsz Polyester-, Polyamid-, Epoxy-, Phenol-, Melaminharz und/oder Latices auf Basis Acrylsäure, Maleinsäureester, Styrol, Butadien, Ethylen- und/oder Vinylacetat enthält.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Metalloberfläche eine wäßrige Zubereitung aufträgt, die als Kunstharsz ein Alkylphenol-modifiziertes Polyesterharz mit einer Säurezahl von 90 bis 110 und einem Molekulargewicht von 7 000 bis 15 000 enthält.

4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Metalloberfläche eine wäßrige Zubereitung aufträgt, die als dispergierte wachsartige Substanz Polyethylen, Polypropylen, Polytetrafluorethylen und/oder Polyamid enthält.

5. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Metalloberfläche eine wäßrige Zubereitung aufträgt, die als dispergierte wachsartige Substanz mikronisiertes Polyethylenwachs enthält.

6. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Metalloberfläche eine wäßrige Zubereitung aufträgt, die als Pigment Silikate, Talkum, aus Vinylgruppen bzw. substituierten Vinylgruppen gebildete Polymere und/oder Copolymerisate von Polyvinylidenchlorid bzw. Methylmethacrylat mit Acrylnitril in einer Teilchengröße von 0,1 bis 50 μm , vorzugsweise 2 bis 15 μm , enthält.

7. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Metalloberfläche eine wäßrige Zubereitung aufträgt, die als Pigment organische Polymere, die bei erhöhter Temperatur zu Partikelgrößen von 5 bis 40 μm expandieren, enthält.

8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Metalloberfläche eine wäßrige Zubereitung aufträgt, die als organisches Amin ein oder mehrere Alkanolamine, z.B. Dimethylaminoethanol, und/oder Dimethylamin enthält.

9. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Metalloberfläche eine wäßrige Zubereitung aufträgt, die z.B. Borax in Mengen von 0,1 bis 20 Gew.-Teilen, bezogen auf 100 Gew.-Teile Kunstharsz, enthält.

10. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Metalloberfläche eine wäßrige Zubereitung aufträgt, die die Komponenten in folgenden Mengen, bezogen auf 100 Gew.-Teile Kunstharsz, enthält:

25 0,1 bis 40 Gew.-Teile dispergierte wachsartige Substanz
1 bis 60 Gew.-Teile anorganisches und/oder organisches Pigment
30 0,1 bis 40 Gew.-Teile Borat und
0,1 bis 20 Gew.-Teile organisches Amin.

11. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Metalloberfläche eine wäßrige Zubereitung aufträgt, die pyrogene Kieselsäure, vorzugsweise in Mengen von 0,1 bis 40 Gew.-Teilen, bezogen auf 100 Gew.-Teile Kunstharsz, enthält.

12. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Metalloberfläche eine wäßrige Zubereitung aufträgt, die Tensid, vorzugsweise Ethinverbindungen, in Mengen von vorzugsweise 0,1 bis 10 Gew.-Teilen, bezogen auf 100 Gew.-Teile Kunstharsz, enthält.

13. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Metalloberfläche eine wäßrige Zubereitung aufträgt, die Entschäumer, vorzugsweise Mischungen aus Kohlenwasserstoffen, oxethylierten Verbindungen und siliziumhaltigen Komponenten, vorzugsweise in Mengen von 0,1 bis 10 Gew.-Teilen, bezogen auf 100 Gew.-Teile Kunstharsz, enthält.

14. Anwendung des Verfahrens nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 13 auf die Erzeugung von elektrisch isolierenden Überzügen auf Metalloberflächen aus siliziumhaltigem Stahl.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

10



EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betreift Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.4)
A, D	EP-A-0 209 940 (METALLGESELLSCHAFT AG) * Ansprüche 1,4,6,8-11,13,14,16; Beispiele 5-8; Spalte 2, Zeilen 6-13,39-55; Spalte 3, Zeilen 5-20,36-47 * ---	1-12	H 01 B 3/00 H 01 F 1/18 H 02 K 1/04 B 05 D 5/12 B 32 B 15/04 C 09 D 5/25 H 01 B 3/30 C 09 D 5/02
A	WO-A-8 500 496 (UDVIKLINGSSELSKABET AF) * Ansprüche 1,2; Seite 8, Absatz 3; Seite 6, Absatz 2 *	1	
A	DE-B-1 246 071 (R.W. MOLL & CO.) * Ansprüche; Spalte 4, Zeilen 17-33 *	1	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.4)
			H 01 B C 08 L C 09 D H 01 F
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche		Prüfer
DEN HAAG	05-10-1988		VOIGTLAENDER R.O.J.
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet	T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze		
Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie	E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmelde datum veröffentlicht worden ist		
A : technologischer Hintergrund	D : in der Anmeldung angeführtes Dokument		
O : nichtschriftliche Offenbarung	L : aus andern Gründen angeführtes Dokument		
P : Zwischenliteratur	& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument		