

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5300210号
(P5300210)

(45) 発行日 平成25年9月25日(2013.9.25)

(24) 登録日 平成25年6月28日(2013.6.28)

(51) Int. Cl.	F I
C 2 1 D 8/12 (2006.01)	C 2 1 D 8/12 B
C 2 1 D 9/46 (2006.01)	C 2 1 D 9/46 5 O 1 A
C 2 2 C 38/00 (2006.01)	C 2 2 C 38/00 3 O 3 U
C 2 2 C 38/06 (2006.01)	C 2 2 C 38/06
C 2 2 C 38/60 (2006.01)	C 2 2 C 38/60

請求項の数 7 (全 18 頁)

(21) 出願番号	特願2007-129205 (P2007-129205)	(73) 特許権者	000006655
(22) 出願日	平成19年5月15日(2007.5.15)		新日鐵住金株式会社
(65) 公開番号	特開2008-1977 (P2008-1977A)		東京都千代田区丸の内二丁目6番1号
(43) 公開日	平成20年1月10日(2008.1.10)	(74) 代理人	100099759
審査請求日	平成21年9月15日(2009.9.15)		弁理士 青木 篤
審判番号	不服2012-20880 (P2012-20880/J1)	(74) 代理人	100077517
審判請求日	平成24年10月23日(2012.10.23)		弁理士 石田 敬
(31) 優先権主張番号	特願2006-144099 (P2006-144099)	(74) 代理人	100087413
(32) 優先日	平成18年5月24日(2006.5.24)		弁理士 古賀 哲次
(33) 優先権主張国	日本国(JP)	(74) 代理人	100113918
			弁理士 亀松 宏
		(74) 代理人	100140121
			弁理士 中村 朝幸
		(74) 代理人	100111903
			弁理士 永坂 友康

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 方向性電磁鋼板の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

質量%で、Si: 0.8~7%、C: 0.085%以下、酸可溶性Al: 0.01~0.065%、N: 0.012%以下を含有し、残部Feおよび不可避免的不純物からなる珪素鋼素材を、1280以下の温度で加熱した後に熱間圧延し、得られた熱延板を焼鈍し、次いで一回の冷間圧延または焼鈍を介して複数の冷間圧延を施して最終板厚の鋼板とし、その鋼板を脱炭焼鈍した後、焼鈍分離剤を塗布し、仕上げ焼鈍を施すとともに、脱炭焼鈍から仕上げ焼鈍の二次再結晶開始までの間に鋼板の窒素量を増加させる処理を施すことよりなる方向性電磁鋼板の製造方法において、

前記熱延板の焼鈍を、1000~1150の所定の温度まで加熱して再結晶させた後、それより低い850~1100の温度で焼鈍する2段階の工程で行い、C量と2段階の熱延板焼鈍の2段階目の温度を変更することにより、焼鈍後の粒組織においてラメラ間隔を20μm以上に調整し、

前記冷間圧延をタンデム圧延機で行い、

さらに、前記最終板厚の鋼板を脱炭焼鈍する際の昇温過程において、鋼板温度が550から720にある間を40/秒以上の加熱速度で加熱することを特徴とする方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項2】

前記鋼板を脱炭焼鈍する際の昇温過程において、鋼板温度が550から720にある間を75~125/秒の加熱速度で加熱することを特徴とする請求項1に記載の方向

性電磁鋼板の製造方法。

【請求項 3】

前記鋼板を脱炭焼鈍する際の、前記鋼板温度が 550 から 720 にある間の加熱を、誘導加熱で行うことを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項 4】

前記鋼板を脱炭焼鈍する際、その昇温過程において前記加熱速度で加熱する温度範囲を T_s () から 720 としたときに、室温から 500 までの加熱速度 H (/ 秒) に応じて以下の T_s () から 720 までの範囲とすることを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

$$\begin{aligned} H & \leq 15 : & T_s & \leq 550 \\ 15 < H & : & T_s & \leq 600 \end{aligned}$$

【請求項 5】

前記脱炭焼鈍を、770 ~ 900 の温度域で、雰囲気ガスの酸化度 (PH_2O / PH_2) が 0.15 超 1.1 以下の範囲の条件で、かつ、鋼板の酸素量が 2.3 g/m^2 以下となるとともに一次再結晶粒径が $15 \mu\text{m}$ 以上となるような時間幅で行うことを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項 6】

前記鋼板の窒素量 $[N]$ を、鋼板の酸可溶性 Al の量 $[Al]$ に応じて、式： $[N] \leq 14 / 27 [Al]$ を満足するように増加させる処理を行うことを特徴とする請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項 7】

前記珪素鋼素材が、さらに、質量%で、 $Mn : 1\%$ 以下、 $Cr : 0.3\%$ 以下、 $Cu : 0.4\%$ 以下、 $P : 0.5\%$ 以下、 $Sn : 0.3\%$ 以下、 $S : 0.015\%$ 以下の 1 種または 2 種以上を含有することを特徴とする請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、軟磁性材料として変圧器等の電気機器の鉄芯として用いられる方向性電磁鋼板を、低温スラブ加熱により製造する方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

方向性電磁鋼板は、 $\{110\} \langle 001 \rangle$ 方位に集積した結晶粒により構成された Si を 7% 以下含有した鋼板である。そのような方向性電磁鋼板の製造における結晶方位の制御は、二次再結晶とよばれるカタストロフィックな粒成長現象を利用して達成される。

【0003】

この二次再結晶を制御するための一つの方法として、インヒビターとよばれる微細析出物を熱間圧延前のスラブ加熱時に完全固溶させた後に、熱間圧延及びその後の焼鈍工程で微細析出させる方法が工業的に実施されている。この方法では、析出物を完全固溶させるために、1350 ないし 1400 以上の高温で加熱する必要がある、この温度は普通鋼のスラブ加熱温度に比べて約 200 高く、そのための専用の加熱炉が必要であり、また、溶融スケール量が多い等、エネルギーや生産性の点で問題がある。

【0004】

そこで、低温スラブ加熱による方向性電磁鋼板の製造について研究開発が進められた。

低温スラブ加熱による製造方法として、例えば小松らは、鋼板の窒素量を増加させる窒化処理により形成した $(Al, Si)N$ をインヒビターとして用いる方法を特許文献 1 で開示し、さらに、その際の窒化処理の方法として、小林らは、脱炭焼鈍後にストリップ状で窒化する方法を特許文献 2 で開示しており、本発明者らも、非特許文献 1 で、ストリップ状で窒化する場合の窒化物の挙動を報告している。

10

20

30

40

50

【0005】

そして、本発明者らは、そのような低温スラブ加熱による方向性電磁鋼板の製造方法においては、脱炭焼鈍時にインヒビターが形成されていないので、脱炭焼鈍における一次再結晶組織の調整が二次再結晶を制御する上で重要であり、一次再結晶粒組織の粒径分布の変動係数が0.6より大きくなり粒組織が不均一になると二次再結晶が不安定になるということを特許文献3で示した。

【0006】

その後、更に、二次再結晶の制御因子である一次再結晶組織とインヒビターに関する研究を行った結果、本発明者らは、一次再結晶組織中の{411}方位粒が{110} < 001 > 二次再結晶粒の優先成長に影響を及ぼすことを見出し、特許文献4において、脱炭焼鈍後の一次再結晶集合組織の{111} / {411}の比を3.0以下に調整し、その後窒化処理を行いインヒビターを強化することにより磁束密度の高い方向性電磁鋼板が工業的に安定的に製造できることを示した。

10

【0007】

その後、本発明者らは、特許文献5において、脱炭焼鈍工程の昇温過程において、鋼板温度が600 以下の領域から750 ~ 900 の範囲内の所定の温度まで40 /秒以上の加熱速度で加熱することにより、脱炭焼鈍後の粒組織においてI {111} / I {411} の比率を3以下に制御して二次再結晶を安定化する方法を提案した。

なお、ここで、I {111} 及びI {411} はそれぞれ{111} 及び{411} 面が板面に平行である粒の割合であり、X線回折測定により板厚1 / 10層において測定された回折強度値を表している。

20

【0008】

このように、高温スラブ加熱によるエネルギーロスなどの問題を、低温スラブ加熱および窒化処理によって解決できたが、依然問題も残されている。

例えば、鉄損の優れた高磁束密度一方向性電磁鋼板を製造するには、特許文献6に示されている、冷間圧延のパス間で冷延素材を50 ~ 350 の温度範囲で1分以上保持する方法や、特許文献7に示されている、同じくパス間で300 ~ 600 の温度範囲で1 ~ 30秒保持する方法などのパス間時効処理が採用されている。

この方法は、侵入型固溶元素であるC、Nを拡散させて圧延により発生した転位に固着させて転位の移動を妨げ、冷間圧延における集合組織を改善させようとするものであり、具体的にはリバース冷延の冷却をできるだけ抑制し高温度での冷間圧延を行うものである。

30

【0009】

然るにこの方法は磁気特性的には非常に優れた一方向性電磁鋼板が得られるものの、高温リバース圧延に起因するコスト高、生産性の劣化を避けることができないという問題がある。

これに対し、冷間圧延を生産性の高いタンデム圧延機で行えば、上記コスト高や生産性などの問題点を解決できるが、タンデム圧延では圧延途中の各スタンド間で十分な加熱保持時間が得られないから、C、Nの拡散が十分でなく、磁気特性を改善するのは困難であった。

40

【0010】

また、タンデム圧延でパス間時効と同様の効果を得る方法として、特許文献8などで、ワークロール対に噛み込む圧延板の温度を300 ~ 500 に高める方法が提案されているが、そのような温度では、圧延中に、鋼板表面への圧延油の局所的な焼付けが起りやすく、仕上げ板厚にばらつきが発生したり、製品被膜の形成不良が発生するなどの問題があった。

このように、冷間圧延をタンデム圧延機で行い、パス間時効を省略しても磁気特性を劣化させない技術の開発が待たれていた。

【0011】

【特許文献1】特公昭62-45285号公報

50

【特許文献2】特開平2-77525号公報
 【特許文献3】特公平8-32929号公報
 【特許文献4】特開平9-256051号公報
 【特許文献5】特開2002-60842号公報
 【特許文献6】特公昭54-13846号公報
 【特許文献7】特公昭54-29182号公報
 【特許文献8】特開平1-215925号公報

【非特許文献1】「Materials Science Forum」204-206 (1996)、pp593-598

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

10

【0012】

そこで本発明は、低温スラブ加熱による方向性電磁鋼板の製造において、冷間圧延をタンデム圧延機で行い、パス間時効を省略しても、それを行った場合と同等の磁気特性が得られる製造方法を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0013】

上記の課題を解決するために、本発明は次のようにしたことを特徴とする。

請求項1に係る方向性電磁鋼板の製造方法の発明は、質量%で、Si:0.8~7%、C:0.085%以下、酸可溶性Al:0.01~0.065%、N:0.012%以下を含有し、残部Feおよび不可避免的不純物からなる珪素鋼素材を、1280以下の温度で加熱した後に熱間圧延し、得られた熱延板を焼鈍し、次いで一回の冷間圧延または焼鈍を介して複数の冷間圧延を施して最終板厚の鋼板とし、その鋼板を脱炭焼鈍した後、焼鈍分離剤を塗布し、仕上げ焼鈍を施すとともに、脱炭焼鈍から仕上げ焼鈍の二次再結晶開始までの間に鋼板の窒素量を増加させる処理を施すことよりなる方向性電磁鋼板の製造方法において、前記熱延板の焼鈍を、1000~1150の所定の温度まで加熱して再結晶させた後、それより低い850~1100の温度で焼鈍する2段階の工程で行い、C量と2段階の熱延板焼鈍の2段階目の温度を変更することにより、焼鈍後の粒組織においてラメラ間隔を20μm以上に調整し、前記冷間圧延をタンデム圧延機で行い、さらに、前記最終板厚の鋼板を脱炭焼鈍する際の昇温過程において、鋼板温度が550から720にある間を40/秒以上の加熱速度で加熱することを特徴とする。

20

30

ここで、図1に示すように、圧延面に平行な層状組織をラメラ組織と称し、ラメラ間隔とはこの層状組織の平均間隔である。

【0014】

請求項2に係る方向性電磁鋼板の製造方法の発明は、前記請求項1に係る発明において、前記鋼板を脱炭焼鈍する際の昇温過程において、鋼板温度が550から720にある間を75~125/秒の加熱速度で急速加熱することを特徴とする。

【0015】

請求項3に係る方向性電磁鋼板の製造方法の発明は、前記請求項1または2に係る発明において、前記鋼板を脱炭焼鈍する際の、前記鋼板温度が550から720にある間の加熱を、誘導加熱で行うことを特徴とする。

40

【0016】

請求項4に係る方向性電磁鋼板の製造方法の発明は、前記鋼板を脱炭焼鈍する際、その昇温過程において前記加熱速度で加熱する温度範囲を T_s ()から720としたときに、室温から500までの加熱速度 H (/秒)に応じて以下の T_s ()から720までの範囲とすることを特徴とする。

$H \leq 15$: $T_s = 550$

$15 < H$: $T_s = 600$

【0017】

請求項5に係る方向性電磁鋼板の製造方法の発明は、前記請求項1~4のいずれかに係る発明において、前記脱炭焼鈍を、770~900の温度域で、雰囲気ガスの酸化度(

50

$\text{PH}_2\text{O} / \text{PH}_2$) が 0.15 超 1.1 以下の範囲の条件で、かつ、鋼板の酸素量が $2.3 \text{ g} / \text{m}^2$ 以下となるとともに一次再結晶粒径が $15 \mu\text{m}$ 以上となるような時間幅で行うことを特徴とする。

【0018】

請求項 6 に係る方向性電磁鋼板の製造方法の発明は、請求項 1 ~ 5 のいずれかに係る発明において、さらに、鋼板の酸可溶性 Al の量：[Al] に応じて、窒素量：[N] を、式：[N] $14 / 27$ [Al] を満足するように増加させることを特徴とする。

【0019】

請求項 7 に係る方向性電磁鋼板の製造方法の発明は、請求項 1 ~ 6 のいずれかに係る発明において、前記珪素鋼素材が、さらに、質量%で、Mn：1%以下、Cr：0.3%以下、Cu：0.4%以下、P：0.5%以下、Sn：0.3%以下、S：0.015%以下の 1 種または 2 種以上を含有することを特徴とする。

10

【発明の効果】

【0020】

請求項 1 または 2 に係る発明では、低温スラブ加熱による方向性電磁鋼板の製造において、該請求項に記載されているように、熱延板焼鈍を 2 段階の温度範囲で行って焼鈍後の粒組織においてラメラ間隔を $20 \mu\text{m}$ 以上に調整するとともに、脱炭焼鈍の昇温過程で加熱速度を制御することにより、冷間圧延をタンデム圧延機で行っても、従来のリバース圧延のパス間で時効処理を行った場合と同等の磁気特性を得ることができる。

【0021】

請求項 3 に係る発明のように、前記脱炭焼鈍時の加熱を誘導加熱で行うことにより、加熱速度の自由度が高く、鋼板と非接触に加熱でき、さらに、脱炭焼鈍炉内への設置が比較的容易であるなどの効果が得られる。

20

【0022】

請求項 4 に係る発明では、脱炭焼鈍の昇温過程において、加熱速度を制御する開始温度を、該開始温度までの低温域の加熱速度を調整することによって高め、それによって加熱速度を制御する必要がある温度範囲を縮小することができる。

また、脱炭焼鈍の昇温過程における加熱速度を高くすると、脱炭焼鈍後の鋼板の酸化量が増加し、二次再結晶が不安定になり磁束密度が低下する場合があるが、請求項 5 に係る発明のようにすることにより、それを防止して加熱速度を高くする効果を安定して享受することができる。

30

【0023】

さらに、請求項 6 に係る発明のようにすることにより、脱炭焼鈍の加熱速度を高めた場合における二次再結晶をより安定的に行わせることができ、また、請求項 7 に係る発明のようにすることにより、添加元素に応じてさらに磁気特性などが改良された方向性電磁鋼板を製造することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0024】

本発明者らは、質量で、Si：0.8 ~ 7%、C：0.085%以下、酸可溶性 Al：0.01 ~ 0.065%、N：0.012%以下を含有する珪素鋼素材を、1280 以下の温度で加熱した後に熱間圧延し、得られた熱延板を焼鈍し、次いで一回の冷間圧延または焼鈍を介して複数の冷間圧延を施して最終板厚の鋼板とし、その鋼板を脱炭焼鈍した後、焼鈍分離剤を塗布し、仕上げ焼鈍を施すとともに、脱炭焼鈍から仕上げ焼鈍の二次再結晶開始までの間に鋼板に窒化処理を施すことにより方向性電磁鋼板を製造する際に、焼鈍後の熱延板の粒組織におけるラメラ間隔が、一次再結晶集合組織に影響することを新たに見出し、この技術と、上記特許文献 5 などに示された、脱炭焼鈍時の加熱速度を制御して一次再結晶集合組織中の {411} 粒の存在比率を高める技術とを組み合わせれば、冷間圧延をタンデム圧延機で行っても優れた磁気特性を有する方向性電磁鋼板を製造できるのではないかと考え、冷間圧延をタンデム圧延機で行うことを前提に、熱延板焼鈍条件を種々変更して、二次再結晶後の鋼板の磁束密度 B₈ に対する熱延板の焼鈍後の粒組織にお

40

50

けるラメラ間隔の関係及び磁束密度 B_8 に対する脱炭焼鈍の昇温過程における各温度での加熱速度の影響について調べた。

その結果、熱延板を焼鈍する工程において、所定の温度で加熱して再結晶させた後、それより温度の低い温度でさらに焼鈍して、焼鈍後の粒組織においてラメラ間隔を $20 \mu\text{m}$ 以上に制御するとともに、脱炭焼鈍の昇温過程における 550 から 720 の間を 40 /秒以上、好ましくは 50 /秒以上、さらに好ましくは $75 \sim 125$ /秒の加熱速度で加熱することにより、冷間圧延をタンデム圧延機で行っても、脱炭焼鈍後の集合組織の $I\{111\} / I\{411\}$ の比率が所定値以下になるよう一次再結晶を制御でき、二次再結晶組織を安定に発達することができるという知見を得て、本発明を完成させた。

【0025】

以下に、その知見が得られた実験について説明する。

まず、冷延をタンデム圧延で行うことを前提に、熱延板焼鈍条件と仕上げ焼鈍後の試料の磁束密度 B_8 の関係を調べた。

図2に、冷間圧延前の試料における粒組織のラメラ間隔と仕上げ焼鈍後の試料の磁束密度 B_8 の関係を示す。ここで用いた試料は、質量%で、 $\text{Si} : 3.3\%$ 、 $\text{C} : 0.045 \sim 0.065\%$ 、酸可溶性 $\text{Al} : 0.027\%$ 、 $\text{N} : 0.007\%$ 、 $\text{Mn} : 0.1\%$ 、 $\text{S} : 0.007\%$ を含有し、残部 Fe および不可避的不純物からなるスラブを 1150 の温度で加熱した後、 2.6 mm 厚に熱間圧延し、その後、 1120 に加熱して再結晶させた後、 $850 \sim 1120$ の温度で焼鈍する2段階の熱延板焼鈍を施し、その熱延試料を 0.27 mm 厚までタンデム圧延機により冷間圧延した後、 40 /秒の加熱速度で 830 の温度まで加熱して脱炭焼鈍し、続いて、アンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼板中の窒素を増加させる窒化処理を行い、次いで、 MgO を主成分とする焼鈍分離剤を塗布した後、仕上げ焼鈍を行ったものである。ラメラ間隔の調整は、 C 量と2段階の熱延板焼鈍における2段階目の温度を変更することによって行った。

【0026】

図2から明らかなように、ラメラ間隔が $20 \mu\text{m}$ 以上において、冷延をタンデム圧延で行っても、 B_8 で 1.90 T 以上の高磁束密度が得られることがわかる。

【0027】

また、図3に、熱延板焼鈍を2段階で加熱した場合における一段目の加熱温度と仕上げ焼鈍後の試料の磁束密度 B_8 の関係を示す。

ここで用いた試料は、熱延板焼鈍温度について、一段目の温度を $900 \sim 1150$ 、2段階目の温度を 920 とした以外は、図2の場合と同様に作成されたものを用いた。

図3から明らかなように、一段目の熱延板焼鈍温度が $1000 \sim 1150$ において B_8 で 1.90 T 以上の高磁束密度が得られることがわかる。

また、 B_8 で 1.90 T 以上が得られた試料の脱炭焼鈍板の一次再結晶集合組織を解析した結果、全ての試料において $I\{111\} / I\{411\}$ の値が3以下となっているのが確認された。

【0028】

次に、同様に、磁気特性に及ぼす一次再結晶焼鈍(脱炭焼鈍)の昇温過程の加熱速度の影響について調べた。

図4に、冷間圧延前の試料における粒組織のラメラ間隔を $20 \mu\text{m}$ 以上とした条件下における、脱炭焼鈍時の鋼板温度が 550 から 720 の間の加熱速度と得られた鋼板の磁束密度 (B_8) の関係を示す。ここで用いた試料は、質量%で、 $\text{Si} : 3.2\%$ 、 $\text{C} : 0.05\%$ 、酸可溶性 $\text{Al} : 0.03\%$ 、 $\text{N} : 0.008\%$ 、 $\text{Mn} : 0.1\%$ 、 $\text{S} : 0.007\%$ を含有し、残部 Fe および不可避的不純物からなるスラブを 1150 の温度で加熱した後、 2.6 mm 厚に熱間圧延し、その後、 1100 に加熱して再結晶させた後、 920 の温度で焼鈍する2段階の熱延板焼鈍を施してラメラ間隔を $29 \mu\text{m}$ とし、その熱延試料を 0.27 mm 厚までタンデム圧延機を用いて冷間圧延した後、 15 /秒の加熱速度で 550 まで加熱し、さらに 550 から 720 の間を $5 \sim 150$ の加熱速度で加熱し、その後 15 /秒の加熱速度でさらに加熱して 830 の温度で脱炭焼

10

20

30

40

50

鈍し、続いて、アンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼板中の窒素を増加させ、次いで、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布した後、仕上げ焼鈍を行ったものである。

図4より、鋼板温度が550 から720 の温度範囲内を40 /秒以上、好ましくは50 /秒以上、さらに好ましくは75 ~ 125 /秒の範囲の加熱速度で加熱することにより、磁束密度(B8)の優れた方向性電磁鋼板が得られることがわかる。

【0029】

以上のことから、熱延板を焼鈍する工程において、1000 ~ 1150 の所定の温度まで加熱して再結晶させた後、それより温度の低い850 ~ 1100 で焼鈍して、焼鈍後の粒組織においてラメラ間隔を20 μm以上に制御するとともに、脱炭焼鈍の昇温過程における550 から720 の間を40 /秒以上、好ましくは50 /秒以上、さら

10

【0030】

以上の知見に基づきなされた本発明につき、以下で順次説明する。

まず、本発明で用いる珪素鋼素材の成分の限定理由について説明する。

本発明は、少なくとも、Si: 0.8 ~ 7%、C: 0.085%以下、酸可溶性Al: 0.01 ~ 0.065%、N: 0.012%以下を含有し、残部Feおよび不可避的不純物よりなる成分組成を基本とし、必要に応じて他の成分を含有する方向性電磁鋼板用の珪素鋼スラブを素材として用いるものであり、各成分の含有範囲の限定理由は次のとおりである。

20

【0031】

Siは、添加量を多くすると電気抵抗が高くなり、鉄損特性が改善される。しかし、7%を超えて添加されると冷延が極めて困難となり、圧延時に割れてしまう。より工業生産に適するのは4.8%以下である。また、0.8%より少ないと、仕上げ焼鈍時に 変態が生じ、鋼板の結晶方位が損なわれてしまう。

【0032】

Cは、一次再結晶組織を制御するうえで有効な元素であるが、磁気特性に悪影響を及ぼすので、仕上げ焼鈍前に脱炭する必要がある。Cが0.085%より多いと、脱炭焼鈍時間が長くなり、工業生産における生産性が損なわれてしまう。

30

【0033】

酸可溶性Alは、本発明においてNと結合して(Al, Si)Nとして、インヒビターとしての機能を果たすために必須の元素である。二次再結晶が安定する0.01 ~ 0.065%を限定範囲とする。

Nは、0.012%を超えると、冷延時、鋼板中にプリスターとよばれる空孔を生じるため、0.012%を超えないようにする。

【0034】

本発明では、スラブの素材として、上記成分に加えて、必要に応じて、さらに、Mn、Cr、Cu、P、Sn、S、の少なくとも1種を、質量%で、Mnでは1%以下、Crでは0.3%以下、Cuでは0.4%以下、P: 0.5%以下、Snでは0.3%以下、Sでは0.015%以下の範囲で含有できる。

40

なお、特許請求の範囲には規定しないが、Sb、Ni、Seの少なくとも1種類を、質量%で、Sbでは0.3%以下、Niでは1%以下、SeではSとの合計で0.015%以下の範囲で含有できる。

Mnは、比抵抗を高めて鉄損を低減させる効果がある。また、熱間圧延における割れの発生を防止する目的のために、S及びSeの総量との関係でMn / (S + Se) 4添加することが望ましい。しかしながら添加量が1%を超えると、製品の磁束密度を低下させ好ましくないため、上限を1%とする。

50

【0035】

Crは、脱炭焼鈍の酸化層を改善し、ガラス被膜形成に有効な元素であり、0.3%以下の範囲で添加する。0.3%を超えて添加すると脱炭に要する時間が長くなり、工業生産における生産性が損なわれてしまう。

Cuは、比抵抗を高めて鉄損を低減させることに有効な元素である。添加量が0.4%を超えると鉄損低減効果が飽和するとともに、熱延時に「銅ヘゲ」なる表面疵の原因になる。

Pは、比抵抗を高めて鉄損を低減させることに有効な元素である。添加量が0.5%を超えると圧延性に問題を生じる。

【0036】

SnとSbは、良く知られている粒界偏析元素である。本発明はAlを含有しているため、仕上げ焼鈍の条件によっては焼鈍分離剤から放出される水分によりAlが酸化されてコイル位置でインヒビター強度が変動し、磁気特性がコイル位置で変動する場合がある。この対策の一つとして、これらの粒界偏析元素の添加により酸化を防止する方法があり、そのためにそれぞれ0.30%以下の範囲で添加できる。一方0.30%を超えると脱炭焼鈍時に酸化されにくく、ガラス皮膜の形成が不十分となるとともに、脱炭焼鈍性を著しく阻害する。

【0037】

Niは比抵抗を高めて鉄損を低減させることに有効な元素である。また、熱延板の金属組織を制御して磁気特性を向上させるうえで有効な元素である。しかしながら、添加量が1%を超えると二次再結晶が不安定になる。

その他、SおよびSeは磁気特性に悪影響を及ぼすので総量で0.015%以下とすることが望ましい。

【0038】

次に本発明の製造条件について説明する。

上記の成分組成を有する珪素鋼スラブは、転炉または電気炉等により鋼を溶製し、必要に応じて溶鋼を真空脱ガス処理し、ついで連続鋳造もしくは造塊後分塊圧延することによって得られる。その後、熱間圧延に先だつてスラブ加熱がなされる。本発明においては、スラブ加熱温度は1280以下として、上述の高温スラブ加熱の諸問題を回避する。

珪素鋼スラブは、通常は150~350mmの範囲、好ましくは220~280mmの厚みに鋳造されるが、30~70mmの範囲のいわゆる薄スラブであっても良い。薄スラブの場合は熱延板を製造する際に中間厚みに粗加工を行う必要がないという利点がある。

【0039】

上述した温度にて加熱されたスラブは引続き熱間圧延され所要板厚の熱延板とされる。この熱延板を、1000~1150の所定の温度まで加熱して再結晶させた後、それより温度の低い850~1100で必要な時間焼鈍し、焼鈍後の粒組織においてラメラ間隔を20μm以上に制御する。

一段目の焼鈍温度範囲を1000~1150としたのは、その範囲で再結晶させた場合、B8で1.90T以上の磁束密度の鋼板が得られるためであり、二段目の焼鈍温度範囲を一段目の温度より低い850~1100としたのは、図1に示されるようにラメラ間隔を20μm以上とするために必要であるからである。

本発明では、ラメラ間隔を20μm以上としておくことにより、後記の脱炭焼鈍の昇温過程における加熱速度の制御と組み合わせられて、冷間圧延をタンデム圧延機で行うことを可能とするものである。

【0040】

その後、一回もしくは焼鈍を挟んだ二回以上に冷間圧延により最終板厚とする。冷間圧延はタンデム圧延機で行い、その回数は、望む製品の特性レベルとコストとを勘案して適宜選択される。冷間圧延に際しては、最終冷間圧延率を80%以上とすることが、{411}や{111}等の一次再結晶方位を発達させる上で必要である。

本発明では、以上に説明したように、冷間圧延をタンデム圧延機で行っても、従来の、

10

20

30

40

50

冷間圧延をリバース圧延機で行い、そのパス間で時効処理を行った場合と同等の磁気特性を得ることができる。

【0041】

冷間圧延後の鋼板は、鋼中に含まれるCを除去するために湿潤雰囲気中で脱炭焼鈍を施し、その後、二次再結晶発現前に窒素を増加させる窒化処理およびマグネシアを主成分とする焼鈍分離剤を塗布する処理を行った後に、仕上げ焼鈍を行い{110} < 001 > 方位粒を二次再結晶により優先成長させる。

本発明では、冷間圧延をタンデム圧延機で行うため、脱炭焼鈍後の一次再結晶組織を二次再結晶しやすい組織にする必要がある。

この脱炭焼鈍における一次再結晶を制御する方法としては、上記特許文献5に示されているような脱炭焼鈍工程の昇温過程における加熱速度を調整することにより制御される。

本発明では、鋼板温度が550 から720 にある間を40 /秒以上、好ましくは50 /秒以上、さらに好ましくは75 ~ 125 /秒の加熱速度で加熱する。

【0042】

加熱速度は、一次再結晶集合組織I {111} / I {411} に大きな影響を及ぼす。一次再結晶では、結晶方位によって再結晶しやすさが異なるため、I {111} / I {411} を3以下とするためには、{411}方位粒が再結晶しやすい加熱速度に制御する必要がある。{411}方位粒は100 /秒近傍の速度で一番再結晶しやすいので、I {111} / I {411} を3以下として製品の磁束密度B8が1.90 T以上のものを安定して製造するために、図3の結果から加熱速度を40 /秒以上、好ましくは50 /秒以上、さらに好ましくは75 ~ 125 /秒とする。

【0043】

この加熱速度で加熱する必要がある温度域は、基本的に550 から720 までの温度域である。もちろん、550 以下の温度から上記の加熱速度範囲での急速加熱を開始してもよい。この加熱速度を高い加熱速度に維持すべき温度範囲の下限温度は、低温域での加熱サイクルの影響を受ける。そのため、急速加熱が必要な温度範囲を開始温度Ts () から720 としたときに、室温から500 までの加熱速度H (/秒) に応じて以下のTs () から720 までの範囲とするのがよい。

$$\begin{aligned} H & 15 : & T_s & 550 \\ 15 < H : & T_s & 600 \end{aligned}$$

【0044】

低温域の加熱速度が15 /秒の標準的な加熱速度の場合には、550 から720 の範囲を40 /秒以上の加熱速度で急速加熱する必要がある。低温域の加熱速度が15 /秒よりも遅い場合には、550 以下の温度から720 の範囲を40 /秒以上の加熱速度で急速加熱する必要がある。一方、低温域の加熱速度が15 /秒よりも速い場合には、550 よりも高い温度で600 以下の温度から720 までの範囲を40 /秒以上の加熱速度で急速加熱すれば十分である。例えば、室温から50 /秒で加熱した場合は、600 から720 の範囲の昇温速度が40 /秒以上であればよい。

【0045】

上記の脱炭焼鈍の加熱速度を制御する方法は特に限定するものではないが、本発明では、急速加熱の温度範囲の上限が720 とキューリー点を下回る温度となったことから、誘導加熱を有効に利用することができる。

【0046】

また、上記の加熱速度の調整の効果を安定して発揮させるためには、特許文献5に示されているように、加熱した後に770 ~ 900 の温度域で雰囲気ガスの酸化度 (PH₂O / PH₂) を0.15超1.1以下として鋼板の酸素量を2.3 g/m²以下とすることが有効である。雰囲気ガスの酸化度が0.15未満では鋼板表面に形成されるガラス被膜の密着性が劣化し、1.1を越えるとガラス被膜に欠陥が生じる。また、鋼板の酸素量を2.3 g/m²以下とすることにより、(Al, Si)Nインヒビタ - の分解を抑制して高い磁束密度を有する方向性電磁鋼板の製品が安定して製造できる。

10

20

30

40

50

【0047】

また、脱炭焼鈍において、鋼板の酸素量を 2.3 g/m^2 以下とすると同時に、特許文献5に示されているように、一次再結晶粒径が $15 \mu\text{m}$ 以上となるようすることにより、二次再結晶をより安定して発現でき、さらに優れた方向性電磁鋼板を製造することができる。

【0048】

窒素を増加させる窒化処理としては、脱炭焼鈍に引き続いて、アンモニア等の窒化能のあるガスを含有する雰囲気中で焼鈍する方法、Mn、N等の窒化能のある粉末を焼鈍分離剤中に添加すること等により仕上げ焼鈍中に行う方法等がある。脱炭焼鈍の加熱速度を高めた場合に二次再結晶をより安定的に行わせるためには、(Al, Si)Nの組成比率を調整することが望ましく、また、増加させた後の窒素量としては鋼中のAl量に対して $[N]/[Al]$ が、質量比として $14/27$ 以上、望ましくは $2/3$ 以上となるようにする。

【0049】

その後、マグネシアを主成分とする焼鈍分離剤を塗布した後に、仕上げ焼鈍を行い $\{110\} <001>$ 方位粒を二次再結晶により優先成長させる。

【0050】

以上、説明したように、本発明では、珪素鋼を、 1280 以下の温度で加熱した後に熱間圧延し、熱延板焼鈍し、次いで一回の冷間圧延または焼鈍を介して複数の冷間圧延を施して最終板厚とし、脱炭焼鈍後、焼鈍分離剤を塗布し、仕上げ焼鈍を施すとともに、脱炭焼鈍から仕上げ焼鈍の二次再結晶開始までの間に鋼板に窒化処理を施して、方向性電磁鋼板を製造する際に、前記熱延板を焼鈍する工程において、 $1000 \sim 1150$ の所定の温度まで加熱して再結晶させた後、それより温度の低い $850 \sim 1100$ で焼鈍することにより、焼鈍後の粒組織においてラメラ間隔を $20 \mu\text{m}$ 以上に制御し、前記冷間圧延をタンデム圧延機で行い、さらに、前記鋼板を脱炭焼鈍する工程の昇温過程において、鋼板温度が 550 から 720 の温度範囲内を 40 /秒以上、好ましくは 50 /秒以上、さらに好ましくは $75 \sim 125$ /秒の範囲の加熱速度で加熱することにより、冷間圧延をタンデム圧延機で行っても、従来のリバース圧延のパス間で時効処理を行った場合と同等の磁気特性を得ることができる。

【0051】

以下、本発明の実施例を説明するが、実施例で採用した条件は、本発明の実施可能性及び効果を確認するための一条件例である。本発明は、この例に限定されるものではなく、本発明を逸脱せず、本発明の目的を達成する限りにおいて、種々の条件を採用し得るものである。

【実施例1】

【0052】

質量%で、Si: 3.2% 、C: 0.05% 、酸可溶性Al: 0.028% 、N: 0.007% 、Mn: 0.1% 、S: 0.008% 、Cr: 0.1% 、P: 0.03% を含有し、残部Feおよび不可避免的不純物からなるスラブを 1150 の温度で加熱した後、 2.6 mm 厚に熱間圧延し、その後、 $1100 + 920$ の二段焼鈍を施した。得られた熱延試料の一部を 0.27 mm 厚まで(A)タンデム圧延機により冷間圧延し、一部は(B)リバース圧延機により冷間圧延した。これらの試料を、タンデム圧延材については 100 /秒の加熱速度で 720 まで加熱して、その後 10 /秒で 830 の温度まで加熱して脱炭焼鈍し、リバース圧延材については 15 /秒の加熱速度で 720 まで加熱して、その後 10 /秒で 830 の温度まで加熱して脱炭焼鈍した。これらの試料を、続いてアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼板中の窒素を 0.02% に増加させ、次いで、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布した後、仕上げ焼鈍を施した。

得られた試料の仕上げ焼鈍後の磁気特性を表1に示す。タンデム圧延により製造した試料(A)の磁束密度は、リバース圧延で作製した試料(B)と同等の磁束密度である。

【0053】

10

20

30

40

50

【表 1】

表 1

試料	ラメラ間隔 (μm)	磁束密度 B8 (T)	備考
(A)	29	1.918	本発明例
(B)	29	1.912	比較例

10

【実施例 2】

【0054】

質量%で、Si : 3.2%、C : 0.06%、酸可溶性 Al : 0.028%、N : 0.008% を含有し、残部 Fe および不可避免的不純物からなるスラブを 1150 の温度で加熱した後、2.6mm 厚に熱間圧延し、その後、一部の試料 (A) は 1120 の一段焼鈍を行い、一部の試料 (B) は 1100 + 920 の二段焼鈍を施した。これらの試料を 0.27mm 厚までタンデム圧延機によって冷間圧延した後、(1) 15 / 秒、(2) 40 / 秒、(3) 100 / 秒および (4) 150 / 秒の加熱速度で 720 まで加熱して、その後 10 / 秒で 830 の温度まで加熱して脱炭焼鈍し、続いてアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼板中の窒素を 0.02% に増加させ、次いで、MgO を主成分とする焼鈍分離剤を塗布した後、仕上げ焼鈍を施した。

20

得られた試料の仕上げ焼鈍後の磁気特性を表 2 に示す。なお、試料の記号は、焼鈍方法と加熱速度の組み合わせを示す。冷間圧延をタンデム圧延で行う際、熱延板焼鈍及び脱炭焼鈍とも本発明の条件を満たす場合には、高い磁束密度が得られる。

【0055】

【表 2】

表 2

試料	ラメラ間隔 (μm)	磁束密度 B8 (T)	備考
(A-1)	15	1.861	比較例
(A-2)	15	1.874	比較例
(A-3)	15	1.879	比較例
(A-4)	15	1.880	比較例
(B-1)	29	1.877	比較例
(B-2)	29	1.909	本発明例
(B-3)	29	1.918	本発明例
(B-4)	29	1.916	本発明例

30

40

【実施例 3】

【0056】

質量%で、Si : 3.2%、C : 0.05%、酸可溶性 Al : 0.027%、N : 0.008%、Mn : 0.1%、S : 0.007%、Cr : 0.1%、Sn : 0.05%、P : 0.03%、Cu : 0.2% を含有し、残部 Fe および不可避免的不純物からなるスラブを 1150 の温度で加熱した後、2.6mm 厚に熱間圧延し、その後、一部の試料 (A)

50

は 1 1 0 0 の一段焼鈍を行い、一部の試料 (B) は 1 1 0 0 + 9 0 0 の二段焼鈍を施した。これらの試料を 0 . 2 2 mm 厚までタンデム圧延機によって冷間圧延した後、1 0 0 / 秒の加熱速度で 7 2 0 まで加熱し、その後 1 0 / 秒で加熱して 8 4 0 の温度で脱炭焼鈍し、続いてアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼板中の窒素を 0 . 0 2 % に増加させ、次いで、M g O を主成分とする焼鈍分離剤を塗布した後、仕上げ焼鈍を施した。

得られた試料の仕上げ焼鈍後の磁気特性を表 3 に示す。

【 0 0 5 7 】

【表 3】

表 3

試料	ラメラ間隔 (μm)	磁束密度 B8 (T)	備考
(A)	1 6	1 . 8 8 3	比較例
(B)	2 7	1 . 9 2 5	本発明例

10

【実施例 4】

【 0 0 5 8 】

質量%で、Si : 3 . 1 %、C : 0 . 0 5 %、酸可溶性 Al : 0 . 0 2 7 %、N : 0 . 0 0 8 %、Mn : 0 . 1 %、S : 0 . 0 0 7 %、Cr : 0 . 1 %、Sn : 0 . 0 5 %、P : 0 . 0 3 %、Cu : 0 . 2 % を含有し、残部 Fe および不可避的不純物からなるスラブを 1 1 5 0 の温度で加熱した後、2 . 8 mm 厚に熱間圧延し、1 1 0 0 + 9 0 0 の二段焼鈍を施した。得られた熱延試料を 0 . 2 8 mm 厚までタンデム圧延機によって冷間圧延した後、1 0 0 / 秒の加熱速度で 7 2 0 まで加熱し、その後 1 0 / 秒で加熱して 8 4 0 の温度で脱炭焼鈍し、続いてアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼板中の窒素を 0 . 0 0 8 ~ 0 . 0 2 2 % に増加させ、次いで、M g O を主成分とする焼鈍分離剤を塗布した後、仕上げ焼鈍を施した。

得られた窒素量の異なる試料の仕上げ焼鈍後の磁気特性を表 4 に示す。

【 0 0 5 9 】

【表 4】

表 4

ラメラ間隔 (μm)	窒素量 (%)	N / Al	磁束密度 B8 (T)	備考
2 7	0 . 0 0 8	0 . 3 0	1 . 5 6 6	比較例
2 7	0 . 0 1 1	0 . 4 1	1 . 6 9 4	比較例
2 7	0 . 0 1 7	0 . 6 3	1 . 9 0 4	本発明例
2 7	0 . 0 2 0	0 . 7 4	1 . 9 2 8	本発明例
2 7	0 . 0 2 2	0 . 8 1	1 . 9 2 9	本発明例

20

30

40

【実施例 5】

【 0 0 6 0 】

実施例 4 と同様に作成した冷間圧延後の板を、1 0 0 / 秒で 7 2 0 まで加熱した後、2 0 / 秒で 8 4 0 に加熱して 9 0 ~ 6 0 0 秒間、雰囲気酸化度 0 . 5 9 で脱炭焼鈍

50

した。続いてアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼板中の窒素を0.022%に増加させた。この鋼板に、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布した後、1200 で20時間仕上げ焼鈍を施した。

得られた脱炭焼鈍後の酸素量の異なる試料の仕上げ焼鈍後の磁気特性を表5に示す。

【表5】

表5

均熱時間 (秒)	結晶粒径 (μm)	酸素量 (g/m^2)	磁束密度 B8 (T)	備考
120	22.3	2.05	1.928	本発明例
180	22.5	2.18	1.929	本発明例
300	22.8	2.27	1.930	本発明例
600	23.5	2.46	1.873	比較例

10

【実施例6】

【0061】

実施例4と同様に作成した冷間圧延後の板を、100 /秒で720 まで加熱した後、20 /秒で840 に加熱した後、840 で180秒間、雰囲気酸化度0.33~0.72で脱炭焼鈍した。続いてアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼板中の窒素を0.022%に増加させた。その後、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布した後、仕上げ焼鈍を施した。

得られた脱炭焼鈍後の酸素量の異なる試料の仕上げ焼鈍後の磁気特性を表6に示す。

【0062】

【表6】

表6

酸化度 (%)	酸素量 (g/m^2)	磁束密度 B8 (T)	備考
0.33	1.69	1.931	本発明例
0.44	1.83	1.927	本発明例
0.52	1.98	1.930	本発明例
0.59	2.18	1.929	本発明例
0.77	2.52	1.882	比較例

30

【実施例7】

【0063】

実施例4と同様に作成した冷間圧延後の板を、100 /秒で720 まで加熱した後、20 /秒で780~840 に加熱して120秒間、雰囲気酸化度0.72で脱炭焼鈍した。続いてアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼板中の窒素を0.021%に増加させた。この鋼板に、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布した後、1200 で20時間仕上げ焼鈍を施した。

得られた一次結晶粒径の異なる試料の仕上げ焼鈍後の磁気特性を表7に示す。

【0064】

40

【表 7】

表 7

均熱温度 (°C)	結晶粒径 (μm)	磁束密度 B 8 (T)	備考
780	14.8	1.876	比較例
800	18.5	1.928	本発明例
820	20.3	1.931	本発明例
840	22.4	1.873	本発明例

10

【実施例 8】

【0065】

実施例 4 と同様の条件で作製した冷間圧延後の板を、加熱速度 (A) 15 / 秒、(B) 50 / 秒の加熱速度で、(1) 500、(2) 550、(3) 600 の温度まで加熱し、その後、100 / 秒の加熱速度で 720 まで加熱し、さらに 10 / 秒で 8300 の温度まで加熱して脱炭焼鈍を施した。続いてアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼板中の窒素を 0.021% に増加させ、次いで、MgO を主成分とする焼鈍分離剤を塗布した後、仕上げ焼鈍を施した。

20

仕上げ焼鈍後の試料の磁気特性を表 6 に示す。低温域の加熱速度を速めることにより、100 / 秒で急速加熱する際の開始温度を 600 に高めても良好な磁気特性が得られることが分かる。

【0066】

【表 8】

表 8

試料	低温域加熱速度 (°C/秒)	100 (°C/秒) 加熱開始温度 (°C)	磁束密度 B 8 (T)	備考
(A-1)	15	500	1.928	本発明例
(A-2)	15	550	1.926	本発明例
(A-3)	15	600	1.894	比較例
(B-1)	50	500	1.929	本発明例
(B-2)	50	550	1.928	本発明例
(B-3)	50	600	1.928	本発明例

30

40

【図面の簡単な説明】

【0067】

【図 1】冷延前粒組織のラメラ組織を示す圧延方向に平行な断面組織写真である (板厚 2.3 mm)。

【図 2】冷延前粒組織のラメラ間隔と磁束密度 B 8 の関係を示す図である。

【図 3】一段目の熱延板焼鈍温度と磁束密度 B 8 の関係を示す図である (加熱速度 5 / 秒、および 10 / 秒)。

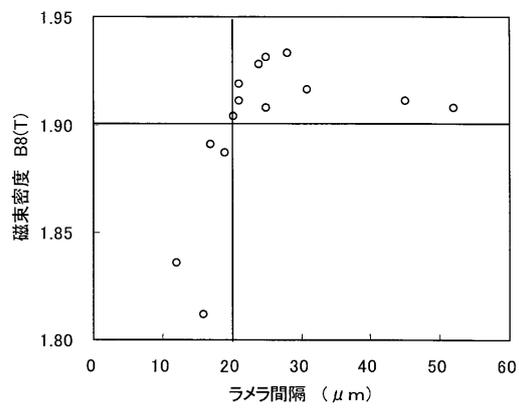
【図 4】脱炭焼鈍の昇温途中の 550 ~ 720 の温度域の加熱速度と製品の磁束密度 (

50

B 8) の関係を示す図である。

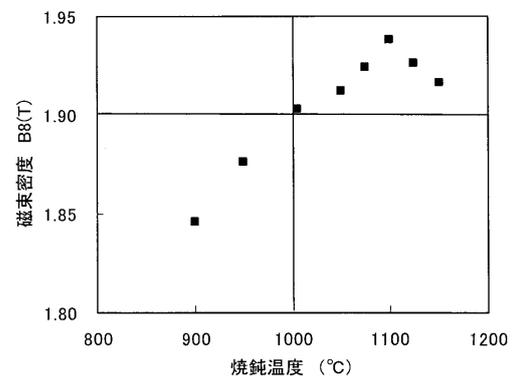
【 図 2 】

図 2



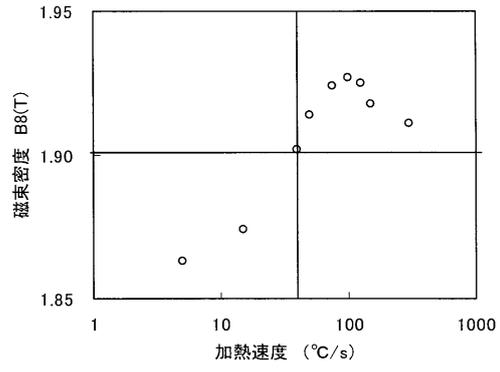
【 図 3 】

図 3



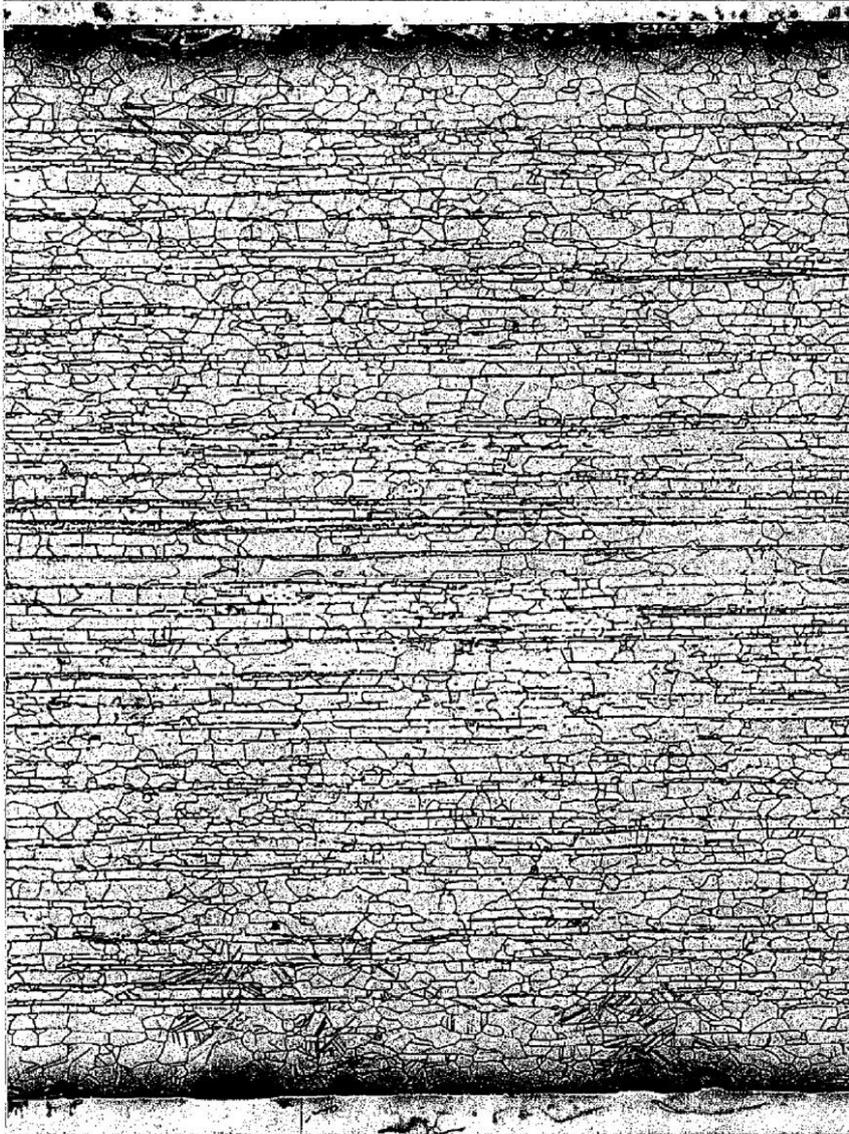
【 図 4 】

图 4



【図1】

図1



フロントページの続き

- (72)発明者 牛神 義行
東京都千代田区大手町二丁目6番3号 新日本製鐵株式会社内
- (72)発明者 藤井 宣憲
東京都千代田区大手町二丁目6番3号 新日本製鐵株式会社内
- (72)発明者 石橋 希瑞
東京都千代田区大手町二丁目6番3号 新日本製鐵株式会社内

合議体

- 審判長 小柳 健悟
審判官 小川 進
審判官 大橋 賢一

- (56)参考文献 特開平6 - 128646 (JP, A)
特開平6 - 212263 (JP, A)
特開2002 - 212636 (JP, A)
特開平7 - 252532 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C21D 8/12, 9/46
C22C38/00-38/60
H01F 1/16