(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第4604369号
(P4604369)

(45)発行日　平成23年1月5日(2011.1.5)　(24)登録日　平成22年10月15日(2010.10.15)

(51)Int.Cl.			F I		
C21D	8/12	(2006.01)	C21D	8/12	B
H01F	1/16	(2006.01)	H01F	1/16	B
C22C	38/00	(2006.01)	C22C	38/00	303U

請求項の数 5　(全 8 頁)

(21)出願番号　特願2001-66292(P2001-66292)
(22)出願日　平成13年3月9日(2001.3.9)
(65)公開番号　特開2002-266028(P2002-266028A)
(43)公開日　平成14年9月18日(2002.9.18)
審査請求日　平成19年8月3日(2007.8.3)

(73)特許権者　000001258
ＪＦＥスチール株式会社
東京都千代田区内幸町二丁目２番３号
(74)代理人　100147485
弁理士　杉村　憲司
(74)代理人　100114292
弁理士　来間　清志
(74)代理人　100072051
弁理士　杉村　興作
(72)発明者　伊東　敦史
岡山県倉敷市水島川崎通１丁目（番地なし）　川崎製鉄株式会社　水島製鉄所内
(72)発明者　岡田　典久
岡山県倉敷市水島川崎通１丁目（番地なし）　川崎製鉄株式会社　水島製鉄所内
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】
電磁鋼素材を熱間圧延して得られた熱延板に、１回または中間焼鈍を挟む２回以上の冷間圧延を施して最終板厚とした後、脱炭を兼ねた１次再結晶焼鈍を施し、次いで、焼鈍分離剤を塗布してからコイル状に鋼板を巻き取った後に、該鋼板コイルをその一端面が下向きになるように載置して仕上焼鈍を施す一連の工程を有する方向性電磁鋼板の製造方法において、
仕上焼鈍工程を、２次再結晶焼鈍工程と純化焼鈍工程により構成し、該仕上焼鈍工程において、２次再結晶焼鈍工程のみ、前記鋼板コイルの他端面である上端面に接して、カバーを配設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】
仕上焼鈍にて、２次再結晶焼鈍はバッチ式焼鈍炉で行い、純化焼鈍は連続式焼鈍炉で行う請求項１に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。
【請求項３】
前記鋼板コイルの２次再結晶条件が異なる場合、２次再結晶焼鈍は、同一の２次再結晶条件を有する鋼板コイル群ごとに別個のバッチ式焼鈍炉で行い、
純化焼鈍は、前記２次再結晶焼鈍を行った全鋼板コイルを同一の連続式焼鈍炉で行う請求項１又は２に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。
【請求項４】
２次再結晶焼鈍は、不活性ガス雰囲気中で、９００℃以下かつ３０時間以上保持するこ

とにより行い、
純化焼鈍は、還元ガス雰囲気中で１１００℃以上かつ１０時間以下保持することにより行う請求項１、２又は３に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。
【請求項５】
バッチ式焼鈍炉から連続式焼鈍炉への炉換えを大気中で行う場合には、前記鋼板コイルをバッチ式焼鈍炉内で４００℃以下に冷却してから連続式焼鈍炉に炉換えする請求項２、３又は４に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
この発明は、方向性電磁鋼板の製造方法に関するものである。
【０００２】
【従来の技術】
方向性電磁鋼板は、電磁鋼素材を熱間圧延して得られた熱延板に、１回または中間焼鈍を挟む２回以上の冷間圧延を施して最終板厚とした後、脱炭を兼ねた１次再結晶焼鈍を施し、次いで焼鈍分離剤を塗布・乾燥してからコイル状に鋼板を巻き取った後に、２次再結晶焼鈍及び純化焼鈍からなる仕上焼鈍を施す一連の工程によって製造される。
【０００３】
また、方向性電磁鋼板は、電磁特性が優れていることは勿論のこと、被膜特性に優れていることも必要とされる。
【０００４】
そのため、発明者は、上記製造工程において、電磁鋼板の被膜特性を向上させるための検討を行ったところ、仕上焼鈍、特に２次再結晶焼鈍中、鋼板表面に塗布した焼鈍分離剤の水分を鋼板コイルの巻回層間にできるだけ保持するようにするとともに、前記巻回層間の流通性を極力抑制すれば、製品としての電磁鋼板の被膜特性が向上することを見出した。
【０００５】
このように電磁鋼板の被膜特性を向上させるため、上述した発想に基づいて仕上焼鈍の適正化を図った事例を開示した文献等については、現状では見当たらない。
【０００６】
【発明が解決しようとする課題】
この発明の目的は、仕上焼鈍、特に2次再結晶焼鈍中の鋼板コイル層の上端面にカバーを配設することにより、被膜特性に優れた方向性電磁鋼板を安定に製造するための方法を提供することにある。
【０００７】
【課題を解決するための手段】
発明者は、上記課題を解決するため鋭意検討を行ったところ、仕上焼鈍中、好適には２次再結晶焼鈍中に、前記鋼板コイルの上端面にカバーを配設すれば、前記鋼板コイルの巻回層間に存在する水分を保持できるとともに、前記巻回層間の流通性を有効に抑制でき、これらの結果から、製品としての電磁鋼板の被膜特性を向上させることができることを見出したのである。
【０００８】
すなわち、この発明の要旨は下記のとおりである。
【０００９】
（１）電磁鋼素材を熱間圧延して得られた熱延板に、１回または中間焼鈍を挟む２回以上の冷間圧延を施して最終板厚とした後、脱炭を兼ねた１次再結晶焼鈍を施し、次いで、焼鈍分離剤を塗布してからコイル状に鋼板を巻き取った後に、該鋼板コイルをその一端面が下向きになるように載置して仕上焼鈍を施す一連の工程を有する方向性電磁鋼板の製造方法において、仕上焼鈍工程を、２次再結晶焼鈍工程と純化焼鈍工程により構成し、該仕上焼鈍工程において、２次再結晶焼鈍工程のみ、前記鋼板コイルの他端面である上端面に接して、カバーを配設することを特徴とする方向性電磁鋼板の製造方法。

【００１０】
（２）仕上焼鈍にて、２次再結晶焼鈍はバッチ式焼鈍炉で行い、純化焼鈍は連続式焼鈍炉で行う上記（１）に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。
【００１１】
（３）前記鋼板コイルの２次再結晶条件が異なる場合、 2次再結晶焼鈍は、同一の2次再結晶条件を有する鋼板コイル群ごとに別個のバッチ式焼鈍炉で行い、純化焼鈍は、前記２次再結晶焼鈍を行った全鋼板コイルを同一の連続式焼鈍炉で行う上記（１）又は（２）に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。
【００１２】
（４）２次再結晶焼鈍は、不活性ガス雰囲気中で、900℃以下かつ30時間以上保持することにより行い、純化焼鈍は、還元ガス雰囲気中で1100℃以上かつ10時間以下保持することにより行う（１）、（２）又は（３）に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。
【００１３】
（５）バッチ式焼鈍炉から連続式焼鈍炉への炉換えを大気中で行う場合には、前記鋼板コイルをバッチ式焼鈍炉内で400℃以下に冷却してから連続式焼鈍炉に炉換えする請求項（２）、（３）又は（４）に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。
【００１４】
【発明の実施の形態】
次に、この発明に従う方向性電磁鋼板の製造方法の実施形態の一例について説明する。
まず、電磁鋼素材を熱間圧延する。電磁鋼素材の組成については特に限定はしないが、一例を挙げておくと、質量％で、C:0.02～0.10％、Si:2.0～4.5％、Mn：0.05～0.2％を含有し、かつSe:およびＳの１種または２種を合計で0.01～0.04％含有する組成になる電磁鋼素材を用いることが好ましい。
【００１５】
また、電磁鋼素材（スラブ）は、公知の方法によって製造することができる。例えば、転炉製鋼法等によって所望の成分組成の溶鋼に溶製し、連続鋳造法あるいは造塊－分塊圧延法によって製造すればよい。
【００１６】
さらに、電磁鋼素材は、熱間圧延を行う前に、通常はインヒビター形成元素を十分に解離固溶させるために1250℃以上の高温に加熱することが好ましく、その後、公知の方法に従って熱間圧延を施し、所定の厚み、好適には1.4～5.0ｍｍ程度の厚みの熱延板とする。
【００１７】
次いで、この熱延板に、必要に応じて熱延板焼鈍を施した後、酸洗処理を行い、その後、１回または中間焼鈍を挟む２回以上の冷間圧延を施して最終板厚の冷延板とする。
冷間圧延は、公知の方法に従って行えばよく、最終板厚は、0.20～0.35ｍｍとすることが好ましい。
【００１８】
その後、冷延板は、磁気特性に悪影響を及ぼす鋼中のＣを除去するための脱炭を兼ねた１次再結晶焼鈍を施し、次いで、MgOで代表される焼鈍分離剤を塗布してからコイル状に鋼板を巻き取った後、前記鋼板コイルに、２次再結晶焼鈍および純化焼鈍からなる仕上焼鈍を施すことによって、方向性電磁鋼板を製造することができる。
【００１９】
そして、この発明の構成上の主な特徴は、前記鋼板コイルの仕上焼鈍方法の適正化を図ることにあり、より具体的には、仕上焼鈍中、前記鋼板コイルの他端面である上端面に、その全体を被覆して、仕上焼鈍中、前記鋼板コイルの他端面である上端面に、その全体を被覆して、前記鋼板コイルの巻回層間の雰囲気ガスの流通性を抑制して、巻回層間に存在する水分を保持するカバー８を配設することにあり、これによって、電磁鋼板の被膜特性を向上させることができる。
【００２０】
この仕上焼鈍の前には、前記したMgO等を主体とした焼鈍分離剤が塗布されるが、この焼

鈍分離剤はスラリー化して塗布されるため、スラリー化の際にMgO等の焼鈍分離剤と水分との結合が起こる（水和）。この水和された水分は、塗布後の乾燥でも失われず仕上げ焼鈍時に鋼板コイルの巻回層間に持ち込まれる。この水和量が多すぎると鋼板が酸化され磁気特性が劣化するが、少なすぎると脱炭焼鈍後の鋼板表面に形成されたSiO_2が還元されてしまい、被膜の生成量の減少や被膜と鋼板の密着性が劣化する等、被膜特性の劣化につながるため、仕上焼鈍の被膜形成段階までにおいて所定量の水分を保持することが重要である。このようなことから、仕上焼鈍中において前記した鋼板コイル上端面へのカバー８の配設により、巻回層間の雰囲気ガスの流通性を抑制し鋼板表面に塗布した焼鈍分離剤の水分を鋼板コイル間の巻回層間に保持するようにした結果、電磁鋼板の被膜特性が向上されることを見出し、本発明を完成することに成功したのである。

【００２１】

カバー８は、図１に一例として示したように、少なくともコイル端部の巻回部を覆うような形状が好ましく、鋼板コイル３の上端面に密着するような配置にすることが好ましい。カバー８の材質は特に規定しないが、純化焼鈍時に鋼板コイル３に融着しないことが好ましく、セラミクス製のプレートや、セラミクスファイバー製のシート等が挙げられる。

【００２２】

また、例えば特公平３－52521号公報に記載されているように、MnSe、MnSをインヒビターとする方向性電磁鋼板では、前記仕上焼鈍を、｛１１０｝＜００１＞方位に揃った2次再結晶粒を発達させるため、比較的低温かつ長時間の処理を必要とする2次再結晶焼鈍と、鉄損に有害な鋼中のＳ、Se、Ｎ等を除去するため、比較的高温かつ短時間の処理を必要とする純化焼鈍との２つに分けて、いわゆる2段加熱のヒートパターンで行うのが一般的である。

【００２３】

この場合、2次再結晶焼鈍中は、前記鋼板コイルの上面にカバー８を配設して、前記鋼板コイルの巻回層間に存在する水分の蒸発と前記巻回層間の雰囲気ガスの流通性の双方を抑制するとともに、純化焼鈍中は、２次再結晶焼鈍の場合とは反対にカバー８を外して前記巻回層間の雰囲気ガスの流通性を高めることが、電磁鋼板の被膜特性がより一層向上することもわかった。

【００２４】

ここで、前記のようにカバー８の配設により水分の保持が必要なのは、純化焼鈍工程で被膜形成が開始される時点までであり、特に２次再結晶焼鈍工程では通常長時間の焼鈍が施されるため、少なくともこの間で水分を保持するためのカバー８の配設が必要となる。純化焼鈍においても、引き続きカバー８を配設しても構わないが、被膜形成後は層間の雰囲気ガスの流通性を高めたほうが純化焼鈍でインヒビター成分を純化させるに要する時間を短縮化することができるので、純化焼鈍工程ではカバー８を外すことが好ましい。

【００２５】

そのため、この発明では、仕上焼鈍工程を、２次再結晶焼鈍工程と純化焼鈍工程により構成し、該仕上焼鈍工程において、2次再結晶焼鈍工程のみ前記鋼板コイル３の上端面にカバー８を配設することが好ましい。

【００２６】

ところで、従来の仕上焼鈍は、2次再結晶焼鈍と純化焼鈍の双方を同一の連続式焼鈍炉で行っていた。

前記連続式仕上焼鈍炉１は、図２及び図３に示すように、インナーカバー２で覆われた鋼板コイル３を垂直に載置したコイル受台４を所定半径の円周上を走行する炉床５上に設け、前記コイル受台４が、前記鋼板コイル３を１段積み２列で載置しうる構成とし、加熱装置（図示せず）の取付け位置６をコイル受台４上の鋼板コイル３の上端部より上方に設置した構成を有しており、また、炉内温度は、２段加熱のヒートパターンに設定するのが一般的である。

【００２７】

しかしながら、2次再結晶焼鈍と純化焼鈍の双方を同一の連続式焼鈍炉で行う場合には、

あらかじめ炉の入口から出口にかけてヒートパターンを形成しておき、その中をコイルが順次連続的に移動しながら焼鈍されるため、炉内温度（ヒートパターン）を鋼種ごとの最適温度に正確に制御することが難しく、安定した電磁特性を有する電磁鋼板を製造することが困難であった。加えて、２次再結晶焼鈍の処理時間は純化焼鈍の処理時間に比べて非常に長いため、各コイルの連続式焼鈍炉での滞留時間が長くなり、結局、連続式焼鈍炉の利点である優れた生産性を十分に活かすこともできなかった。

【００２８】

さらに、2次再結晶焼鈍と純化焼鈍の双方を2段ヒートパターンによって同一の連続式焼鈍炉で行う場合には、鋼板コイルの上端面へのカバーの装着・取り外しができなかった。

【００２９】

そこで、この発明では、仕上焼鈍にて、２次再結晶焼鈍は、正確な温度制御が可能なバッチ式焼鈍炉で行い、純化焼鈍は、大量処理可能な連続式焼鈍炉で行うことが好ましい。すなわち、２次再結晶焼鈍を正確な温度制御が可能なバッチ式焼鈍炉で行い、2次再結晶温度、保持時間及び炉内雰囲気等の2次再結晶条件を最適に設定することができるため、｛１１０｝＜００１＞方位に揃った2次再結晶粒を十分に発達させることができ、また、鋼種ごとに焼鈍条件に差がない純化焼鈍のみを連続式焼鈍炉で行うことによって、鋼板コイルを大量に処理することができ、これによって、2次再結晶焼鈍と純化焼鈍の双方を連続式焼鈍炉で行っていた従来の製造方法に比べて、電磁特性が格段に優れた電磁鋼板を効率よくかつ安定して製造することができる。

【００３０】

また、2次再結晶温度、保持時間及び炉内雰囲気等の２次再結晶条件、特に2次再結晶温度が異なる複数の鋼種の鋼板コイルを仕上焼鈍する場合には、2次再結晶焼鈍は、同一の2次再結晶条件を有する鋼板コイル群ごとに、最適な炉内温度に設定した別個のバッチ式焼鈍炉で行うとともに、純化焼鈍は、２次再結晶焼鈍を行った全鋼板コイルを同一の連続式焼鈍炉でまとめて行えば、上述したように、バッチ式焼鈍炉と連続式焼鈍炉の長所を最大限に引き出すことができる。

【００３１】

なお、２次再結晶焼鈍は、炉内雰囲気をN_2、Ar等の不活性ガス雰囲気とし、焼鈍温度を930℃以下、好適には830～870　℃とし、焼鈍温度の保持時間を30時間以上、好適には30～80時間とすることが好ましい。焼鈍温度が930℃を超えると、純化焼鈍で行うべき被膜形成や純化が進行してしまう結果、電磁特性が悪化するとともに被膜特性も劣る傾向があるからである。

【００３２】

また、純化焼鈍は、炉内雰囲気をH_2、N_2＋H_2等の還元ガス雰囲気とし、焼鈍温度を1100℃以上、好適には1150～1200℃とし、焼鈍温度の保持時間を10時間以下、好適には３～10時間とすることが好ましい。焼鈍温度が1150℃未満だと、被膜形成や純化を十分に行うことができなくなるからである。

【００３３】

さらに、バッチ式焼鈍炉から連続式焼鈍炉への炉換えを非酸化雰囲気中で行う場合には、バッチ式焼鈍炉で加熱・保持した鋼板コイルを冷却することなく連続式焼鈍炉に移動させることが、純化焼鈍で鋼板コイルを加熱するエネルギー量が少なくなる点で好ましいが、前記炉換えを大気中で行う場合には、ブルーイングや酸化を防止するため、前記鋼板コイルをバッチ式焼鈍炉内で400℃以下に冷却してから連続式焼鈍炉に炉換えすることが好ましい。なお、バッチ式焼鈍炉では鋼板コイルの上端面にカバーを取付け、連続式焼鈍炉では鋼板コイルの上端面に取り付けたカバーを取り外す場合には、上記炉換えの際に行えばよい。

【００３４】

上述したところは、この発明の実施形態の一例を示したにすぎず、請求の範囲において種々の変更を加えることができる。

【００３５】

【実施例】
Ｃ：0.045mass％、Si：3.30 mass％、Mn：0.087 mass％、Se：0.025 mass％を含有する組成になるけい素鋼を中間焼鈍を挟む２回冷延法により0.23ｍｍ厚に最終冷間圧延を行った後、脱脂してから１次再結晶焼鈍を施し、次いでMgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布してから巻き取った各鋼板コイルについて、2次再結晶焼鈍と純化焼鈍からなる仕上焼鈍を行った。２次再結晶焼鈍は、乾燥N_2ガス雰囲気中にて850℃、50時間の保定によりバッチ式焼鈍炉で行い、その後、200℃まで冷却し、大気雰囲気下で４時間放置してから連続式（回転式）焼鈍炉に炉換えした後、乾燥N_2ガス雰囲気にて700℃まで加熱後、炉内雰囲気を乾燥H_2ガス雰囲気に切り替えて1200℃、10時間の保定により純化焼鈍を行うことにより、電磁鋼板を作製した。各電磁鋼板の電磁特性（鉄損$W_{17/50}$と磁束密度B_8）と被膜特性（被膜外観、剥離試験）を評価した。剥離試験は、被膜表面にセロテープを貼り付けて剥がしたときの剥離の程度から評価した。表1にそれらの評価結果を示す。なお、上記鋼板コイルはいずれも、同一ロットで製造されたものを用い、再結晶温度はいずれも850℃であった。また、表1中の発明例１は、2次再結晶焼鈍と純化焼鈍の間中、鋼板コイルの上端面にカバーを被せたままにした場合、発明例２は、2次再結晶焼鈍のときだけ鋼板コイルの上端面にカバーを被せ、純化焼鈍時には鋼板コイルの上端面からカバーを取り外した場合、比較例は、2次再結晶焼鈍と純化焼鈍の間中、鋼板コイルの上端面にカバーを被せない場合である。

【００３６】
【表１】

条件	電磁特性		被膜特性	
	$W_{17/50}$(W/kg)	B_8(T)	被膜外観	剥離試験
発明例1	0.880	1.905	良好	良好
発明例2	0.862	1.905	良好	良好
比較例	0.878	1.906	黒色に変色あり	やや悪い

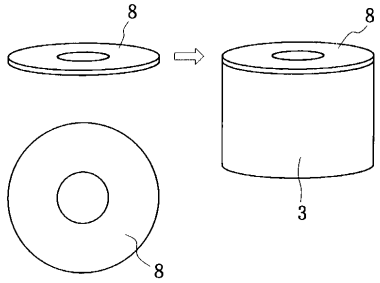
【００３７】
表１に示す結果から、発明例１及び２は、比較例に比べて被膜特性が優れているのがわかる。また、発明例２は、発明例１よりもさらに被膜特性が優れている。

【００３８】
【発明の効果】
この発明の方法によれば、仕上焼鈍、特に2次再結晶焼鈍中の鋼板コイル層の上端面にカバーを配設することにより、被膜特性に優れた方向性電磁鋼板を安定に製造することが可能になった。

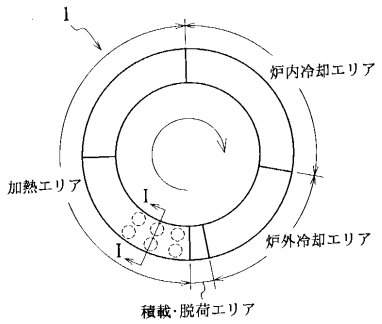
【図面の簡単な説明】
【図１】　この発明に従うカバーの形状とこのカバーを鋼板コイルの上端面に被せたときの状態を示した図である。
【図２】　従来の連続式（回転式）仕上焼鈍炉の概略平面図である。
【図３】　図２のＩ－Ｉ線上の断面図である。

【符号の説明】
１　連続式（回転式）焼鈍炉
２　インナーカバー
３　鋼板コイル
４　コイル受台
５　炉床
６　加熱装置の取付け位置
７　保温カバー
８　カバー

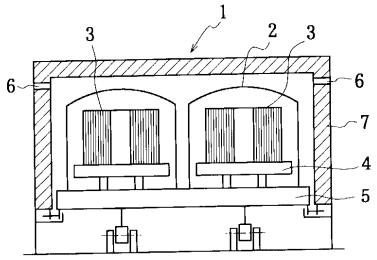
【図１】



【図２】



【図３】



I-I 断面図

フロントページの続き

審査官　本多　仁

(56)参考文献　特開昭５９－０３５６８０（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
C21D 8/12
H01F 1/16-1/18
C22C 38/00-38/60