(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2023年5月19日(19.05.2023)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2023/084897 A1

(51) 国際特許分類:
C22B 9/18 (2006.01) *C21C 7/00* (2006.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2022/033882

(22) 国際出願日： 2022年9月9日(09.09.2022)

(25) 国際出願の言語： 日本語

(26) 国際公開の言語： 日本語

(30) 優先権データ：
特願 2021-182350 2021年11月9日(09.11.2021) JP

(71) 出願人: デンカ株式会社 (**DENKA COMPANY LIMITED**) [JP/JP]; 〒1038338 東京都中央区日本橋室町二丁目１番１号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 平田 慧 (**HIRATA Satoshi**); 〒1038338 東京都中央区日本橋室町二丁目１番１号 デンカ株式会社内 Tokyo (JP).

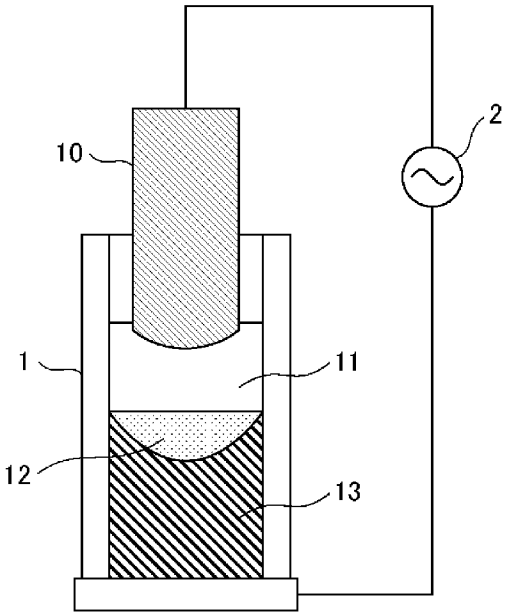
(74) 代理人: 速水 進治 (**HAYAMI Shinji**); 〒1410031 東京都品川区西五反田７丁目９番２号 ＫＤＸ五反田ビル９階 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE,

WO 2023/084897 A1

(54) **Title:** FLUX USED FOR ELECTROSLAG REMELTING METHOD, METHOD FOR PRODUCING SAID FLUX, AND METHOD FOR PRODUCING HIGH-PURITY STEEL

(54) 発明の名称： エレクトロスラグ再溶解法に用いられるフラックス、そのフラックスの製造方法および高純度鋼の製造方法



(57) **Abstract:** This flux used for an electroslag remelting method is in granular form at 25 ° C, wherein when passed through a sieve having a nominal opening of 500 μm defined in accordance with JIS Z 8801-1:2019, the flux has a passing rate of 18% or less, said passing rate being the ratio of the mass of the flux that has fallen under the sieve to the mass

［続葉有］

PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:
一　国際調査報告（条約第21条(3)）

of the flux remaining on the sieve.

(57) 要約：エレクトロスラグ再溶解法に用いられるフラックスであって、２５℃で粒状であり、当該フラックスを、ＪＩＳ Ｚ ８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き５００μｍの篩に通したとき、篩にかけた当該フラックスの質量に対する、篩下に落下した当該フラックスの質量の比率である通過率が１８％以下であるフラックス。

明　細　書

発明の名称 ：

エレクトロスラグ再溶解法に用いられるフラックス、そのフラックスの製造方法および高純度鋼の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、エレクトロスラグ再溶解法に用いられるフラックス、そのフラックスの製造方法および高純度鋼の製造方法に関する。

背景技術

[0002] エレクトロスラグ再溶解法は、金属材料（例えば鋼材）を再度溶解精錬して高純度金属を製造する特殊溶解法の一種である。この方法は、英語表記のＥｌｅｃｔｒｏ－Ｓｌａｇ　Ｒｅｍｅｌｔｉｎｇ　ｐｒｏｃｅｓｓの頭文字をとって「ＥＳＲ法」「ＥＳＲプロセス」などとも呼ばれる（本明細書では、以下、これら表記も用いる）。

[0003] ＥＳＲ法においては、（１）まず、スラグの抵抗熱によって電極金属を溶解させ、（２）その溶解した金属の液滴がスラグプール内を通過する際に不純物（硫黄、酸素等）が除去され、（３）そして溶解した金属が炉の底で凝固してインゴットとなる、という流れで、金属材料が高純度化される。

ここで、スラグとしては、CaF_2、Al_2O_3およびCaOを主成分とするものがしばしば用いられる。すなわち、CaF_2、Al_2O_3およびCaOを主成分とする固形状のフラックスを、高温で溶融させてスラグとすることがしばしば行われる。

[0004] 一例として、特許文献１には、SiO_2：０．２～１５重量％、Al_2O_3：１２～４０重量％、アルカリ土類金属酸化物：１５～４０重量％、CaF_2：１２～７５重量％、ＦｅＯ：０．５重量％以下、ＭｎＯ：１重量％以下、および、TiO_2：１０重量％以下の分析組成である、エレクトロスラグ再溶解法用のスラグが記載されている。また、この文献の第２頁左上欄には、フラックス由来の水分が溶解精錬される金属材料の水素脆化を引き起こすために

はスラグ中の水分含量を少なくすべきことが記載されている。さらに、この文献の第３頁左下欄には、顆粒状スラグを６５０℃に加熱して放出された水分を、過塩素酸マグネシウムに吸収させることで、スラグの水分量やその経時変化を測定した旨が記載されている。

[0005] 別の例として、特許文献２には、ＥＳＲ法において、添加するフラックスの組成を、ＣａＯ：２０～６０ｍａｓｓ％、Al_2O_3：１０～４０ｍａｓｓ％、CaF_2：２０～６０ｍａｓｓ％、酸化鉄：１～１０ｍａｓｓ％、ＣａＯ／Al_2O_3：１．０～６．０とすることが記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特公昭５７－０６０４１１号公報

特許文献2：特開２０１３－０４９９０８号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] ＥＳＲ法における課題として、得られるインゴットの特に底部に不良が発生しやすいことが知られている。具体的には、ＥＳＲプロセス全体の特に初期段階において、フラックス由来の水分が、溶解精錬される金属材料の水素脆化を引き起こすことが知られている。このことについては、上記の背景技術の項で説明した特許文献１にも記載されているとおりである。

[0008] しかし、本発明者らの知見として、従来の水分量が低減されたフラックスにおいては、金属材料の水素脆化の問題や、金属材料の製造時における工程省略の点について、なお改良の余地があった。例えば、ＥＳＲ法により得られるインゴットの歩留まりの改善や、金属材料の製造時にフラックスの水分量低減を目的とした乾燥工程が必要となる点など、一層の改良の余地があった。

[0009] 本発明はこのような事情に鑑みてなされたものである。本発明は、吸湿性が低く、水素脆化が抑制された高純度金属を歩留まり良く製造することが可

能な、エレクトロスラグ再溶解法に用いられるフラックスを提供することを目的の１つとする。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明者らは、鋭意検討の結果、以下に提供される発明を完成させ、上記課題を解決した。

[0011] 本発明によれば、

エレクトロスラグ再溶解法に用いられるフラックスであって、

２５℃で粒状であり、

当該フラックスを、ＪＩＳ　Ｚ　８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き５００μｍの篩に通したとき、篩にかけた当該フラックスの質量に対する、篩下に落下した当該フラックスの質量の比率である通過率が１８％以下であるフラックス

が提供される。

[0012] また、本発明によれば、

上記フラックスの製造方法であって、

少なくとも、CaF_2成分を含む化合物を焼成し、CaF_2成分を含む粒子を得る焼成工程と、

少なくとも、ＣａＯ成分を含む化合物とAl_2O_3成分を含む化合物とを溶融混合してＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む溶融混合物を得る溶融混合工程と、

上記ＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む溶融混合物を粉砕することで、ＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む粉砕物を得る粉砕工程と、

上記ＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む粉砕物を、ＪＩＳ　Ｚ　８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き５００μｍの篩を通すことでＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む粒子を得る選別工程と、

少なくとも、上記CaF_2成分を含む粒子と上記ＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む粒子とを混合してフラックスを得る混合工程と、

を含む、フラックスの製造方法

が提供される。

[0013] また、本発明によれば、

原料鋼を、エレクトロスラグ再溶解法による再溶解によって高純度鋼に精錬する工程を含む、高純度鋼の製造方法であって、

溶融スラグとして、上記フラックスの溶融物を用いる、高純度鋼の製造方法

が提供される。

発明の効果

[0014] 本発明によれば、吸湿性が低く、水素脆化が抑制された高純度金属を歩留まり良く製造することが可能な、エレクトロスラグ再溶解法に用いられるフラックスが提供される。

図面の簡単な説明

[0015] [図1]エレクトロスラグ再溶解法による高純度鋼の製造方法を説明するための図である。

[図2]エレクトロスラグ再溶解法による高純度鋼の製造方法を説明するための図である。

発明を実施するための形態

[0016] 以下、本発明の実施形態について、図面を参照しつつ、詳細に説明する。

図面において、同様な構成要素には同様の符号を付し、適宜説明を省略する。

煩雑さを避けるため、同一図面内に同一の構成要素が複数ある場合には、その１つのみに符号を付し、全てには符号を付さない場合がある。

図面はあくまで説明用のものである。図面中の各部材の形状や寸法比などは、必ずしも現実の物品と対応するものではない。

[0017] 本明細書において、「スラグ」の語は、基本的には、常温（２５℃）で固形状であるフラックスを高温で加熱して溶解させた状態を表す。ただし、文脈によってはこの限りではない（例えば、特許文献１においては、常温で固形状であるフラックスが「スラグ」と表現されているようである）。

[0018] ＜フラックス＞

本実施形態のフラックスは、エレクトロスラグ再溶解法に用いられるものである。

このフラックスは、２５℃で粒状であり、当該フラックスをＪＩＳ　Ｚ８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き５００μｍの篩に通したとき、篩にかけた当該フラックスの質量に対する、篩下に落下した当該フラックスの質量の比率である通過率が１８％以下であり、好ましくは１５％以下であり、より好ましくは１２％以下であり、さらに好ましくは１０％以下であり、さらに好ましくは８％以下である。

ここで、通過率の下限は理想的には０％であるが、現実的には例えば０．００００１％以上である。

[0019] 本発明者らは、ＥＳＲ法により得られるインゴットの歩留まり向上のため、特にフラックスの粒度に着目した。具体的には、本発明者らは、配合後のフラックスの吸湿性を抑制するために、吸湿性の高い傾向にある低粒度の微粉を配合前に取り除くことで、混合後のフラックスをＪＩＳ　Ｚ　８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き５００μｍの篩に通したときの通過率が１８％以下であるようにフラックスを設計した。

このような傾向を示す理由は定かではないが、低粒度の微粉は粒度の大きい高粒度粒子と比較して表面積が大きくなり、これによって吸湿性が高くなっていると考えられる。このような吸湿性の高い微粉を配合前に取り除き、フラックスの粒径を大きくすることによって、フラックスの表面積が小さくなる。このようにすることでフラックスの吸湿性を好適に抑制でき、水素脆化が抑制された高純度金属を歩留まり良く製造することができる。また、フラックスの吸湿性を抑制することにより、金属材料の製造時において、フラックスの乾燥工程が不要となることで乾燥工程の省略が可能となり、結果として金属材料製造時のコストダウンが可能となる。

[0020] 通過率を上記値にするためには、例えば、

（１）フラックスの原料であるCaF_2成分を含む焼成物と、ＣａＯ成分と

Al_2O_3成分を含む金属酸化物とを別々に製造した後に配合すること、かつ／または、

（２）CaO成分とAl_2O_3成分を含む粉砕物を、CaF_2成分を含む焼成物と配合する前に篩にかけて吸湿性の高い低粒度の微粉を取り除くことが好ましい。

（１）については以下で、（２）については後述の＜フラックスの製造方法＞にて説明する。

[0021] 本実施形態のフラックスにおいては、上記（１）で述べたように、CaF_2成分を含む粒子と、金属酸化物を含む粒子と、の混合物を含むことが好ましい。換言すると、CaF_2成分を含む粒子と、金属酸化物を含む粒子とを別々に製造し、最終的に混合することで混合物とすることが好ましい。これにより、フラックスの吸湿性をより好適に抑制でき、水素脆化が抑制された高純度金属を歩留まり良く製造することができる。

[0022] この理由は定かではないが、CaF_2成分を含む粒子と、金属酸化物を含む粒子とを別々に製造し、最終的に混合することによって、フラックス中のCaO結晶相の発生が抑制されていると考えられる。CaO結晶相は前述のように吸湿性が高いため、フラックス中のCaO結晶相の発生を抑制することによってフラックスの吸湿性をより好適に抑制でき、水素脆化が抑制された高純度金属を歩留まり良く製造することができるものと考えられる。

[0023] このとき、金属酸化物としては、Al_2O_3成分を含むことが好ましい。これにより、適当なフラックスの融解温度を得ることができる。

[0024] また、金属酸化物としては、さらにCaO成分を含むことが好ましい。前述のように、フラックス中に単相として存在するCaO結晶相はフラックスの吸湿性の悪化という観点から抑制されることが好ましいが、金属酸化物中にCaO成分を含有させ、金属酸化物中のAl_2O_3成分と反応させてカルシウムアルミネート結晶相とすることにより、例えば、フラックスの融点を低く維持しつつ、フラックスの脱硫性能やフラックスを溶融させて得たスラグの塩基度を適度に高くすることができる。換言すると、CaF_2成分を含む粒

子と、金属酸化物を含む粒子と、の混合物を含み、金属酸化物としてＣａＯ成分を含むことによって、当該フラックスの吸湿性、融点、脱硫性能およびフラックスを溶融させて得たスラグの塩基度を高度に制御することができる。

[0025] ここで、CaF_2成分を含む粒子には、ＣａＯ結晶相が含まれないことが好ましい。これにより、フラックス中のＣａＯ結晶相の量の制御がより容易となり、当該フラックスの吸湿性、融点、脱硫性能およびフラックスを溶融させて得たスラグの塩基度の制御がより容易になる。

[0026] ちなみに、特許文献１には、フラックスの粒度による吸湿性への影響については特に記載されていない。そのため、フラックス中に低粒度の微粉が含有されており、吸湿性の抑制が十分でないものと考えられる。

[0027] さらに付言するに、特許文献１においては、「ポリエチレンライニングを有する紙袋」すなわち水分の遮断性がある袋に入れて、室内空気の絶対湿度が「４～１７ｇ／m^3」の間で大きく変動する環境下で保管したフラックスの吸湿量を測定している。このような評価条件では「フラックス自体」の吸湿性は適切に評価されていないと言える。

[0028] 本実施形態のフラックスに関する、より具体的な説明を続ける。

[0029] （フラックスの通過率）

本実施形態のフラックスは、ＪＩＳ　Ｚ　８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き１．０ｍｍの篩に通したとき、篩にかけた当該フラックスの質量に対する、篩下に落下した当該フラックスの質量の比率である通過率が好ましくは４０％以下であり、より好ましくは３７％以下であり、さらに好ましくは３５％以下であり、さらに好ましくは３３％以下であり、さらに好ましくは３１％以下であり、さらに好ましくは２９％以下であり、さらに好ましくは２８％以下である。これにより、フラックスの吸湿性をより好適に抑制でき、水素脆化が抑制された高純度金属を歩留まり良く製造することができる。

また、通過率の下限は好ましくは１８％以上であり、より好ましくは２０

％以上であり、さらに好ましくは２１％以上である。これにより、当該フラックスを保管する際の「かさ」を減らしたり、精錬の際に当該フラックスを溶融させやすくしたりする。

[0030] 本実施形態のフラックスは、ＪＩＳ　Ｚ　８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き２．８ｍｍの篩に通したとき、篩にかけた当該フラックスの質量に対する、篩下に落下した当該フラックスの質量の比率である通過率が好ましくは９０％以下であり、より好ましくは８７％以下であり、さらに好ましくは８４％以下であり、さらに好ましくは８２％以下である。これにより、フラックスの吸湿性をより好適に抑制でき、水素脆化が抑制された高純度金属を歩留まり良く製造することができる。

また、通過率の下限は好ましくは４５％以上であり、より好ましくは５５％以上であり、さらに好ましくは６０％以上であり、さらに好ましくは６５％以上であり、さらに好ましくは７０％以上であり、さらに好ましくは７４％以上であり、さらに好ましくは７７％以上である。これにより、当該フラックスを保管する際の「かさ」を減らしたり、精錬の際に当該フラックスを溶融させやすくしたりする。

[0031]（フラックスの化学組成）

・CaF_2成分およびAl_2O_3成分

本実施形態のフラックスは、CaF_2成分と、Al_2O_3成分とを含むことが好ましい。

ここでフラックスがさらにＣａＯ成分を含む場合、Al_2O_3成分はカルシウムアルミネート結晶相（$3CaO—Al_2O_3$、$12CaO－7Al_2O_3$、$CaO－Al_2O_3$、$CaO－2Al_2O_3$、$CaO－6Al_2O_3$）として存在する。そのため本実施形態において、「Al_2O_3成分」としては単体のAl_2O_3成分だけでなく、カルシウムアルミネート結晶相のAl_2O_3成分も含む。

より好ましくは、CaF_2成分の一部または全部はCaF_2結晶相として、Al_2O成分$_3$の一部または全部はカルシウムアルミネート結晶相として、本実施形態のフラックス中に存在する。

フラックスが、CaF_2成分とAl_2O_3成分とを含むことで、適当なフラックスの融解温度を得ることができる等のメリットがある。また、フラックスがさらにＣａＯ成分を含み、Al_2O_3成分がカルシウムアルミネート結晶相として存在することにより、フラックスの融解温度をより好適にすることができる。

[0032] 本実施形態のフラックスがCaF_2成分を含む場合、フラックス中の結晶相全体におけるCaF_2結晶相の含有率は、好ましくは２０質量％以上８０質量％以下、より好ましくは３５質量％以上６５質量％以下である。

本実施形態のフラックスがAl_2O_3成分を含む場合、フラックス中の結晶相全体におけるAl_2O_3結晶相およびカルシウムアルミネート結晶相の合計の含有率は、好ましくは２０質量％以上８０質量％以下、より好ましくは３５質量％以上６５質量％以下である。

[0033] 本実施形態のフラックスにおいて、上記の結晶相の含有率にするためには、原料混合時におけるフラックス全体中のCaF_2成分の量の上限値は、８０質量％以下が好ましく、７５質量％以下がより好ましく、６５質量％以下がさらに好ましく、６３質量％以下がさらに好ましい。また、フラックス全体中のCaF_2成分の量の下限値は、２０質量％以上が好ましく、３０質量％以上がより好ましく、３５質量％以上がさらに好ましく、３８質量％以上がさらに好ましい。

さらに、原料混合時におけるフラックス全体中のAl_2O_3成分の量の上限値は、４０質量％以下が好ましく、３７質量％以下がより好ましく、３５質量％以下がさらに好ましく、３２質量％以下がさらに好ましい。また、フラックス全体中のAl_2O_3成分の量の下限値は、５質量％以上が好ましく、１０質量％以上がより好ましく、１５質量％以上がさらに好ましく、１６質量％以上がさらに好ましい。

[0034] ・ＣａＯ成分

本実施形態のフラックスにおいて、原料混合時におけるフラックス全体中のＣａＯ成分の量の上限値は、好ましくは４０質量％以下であり、より好ま

しくは３７質量％以下であり、さらに好ましくは３５質量％以下であり、さらに好ましくは３０質量％以下であり、さらに好ましくは２９質量％以下である。

ＣａＯ成分は吸湿性が高い物質である。よって、原料混合時におけるフラックス全体中のＣａＯ成分の量を少なくし、フラックス中のＣａＯ結晶相の量を少なくすることで、フラックスの吸湿性をより好適に抑制でき、水素脆化が抑制された高純度金属を歩留まり良く製造することができる。

[0035] また、本実施形態のフラックスにおいて、吸湿性抑制とは別の観点、例えば、フラックスの融点を低く維持しつつ、フラックスの脱硫性能やフラックスを溶融させて得たスラグの塩基度を適度に高くする観点からは、原料混合時におけるフラックス全体中のＣａＯ成分の量の下限値は、５質量％以上が好ましく、１０質量％以上がより好ましく、１５質量％以上がさらに好ましく、２０質量％以上がさらに好ましく、２１質量％以上がさらに好ましい。

[0036] ・その他成分：ＭｇＯ成分、SiO_2成分など

本実施形態のフラックスは、上記以外の成分として、例えば、ＭｇＯ成分、SiO_2成分などの成分を１つまたは複数含んでもよい。

フラックスが適量のＭｇＯ成分を含むことにより、フラックスの融点を低く維持しつつ、フラックスを溶融させて得たスラグの塩基度を適度に高くすることができると考えられる。このことは、インゴット製造の際の硫黄成分の除去性能の点で好ましい。

フラックスが適量のSiO_2成分を含むことにより、硫黄成分の除去性等の性能を維持しつつ、フラックスを溶融させて得たスラグの電気抵抗を高める設計を行いやすくなる。これは電極金属を溶解させやすくなる点で好ましい。また、フラックスが適量のSiO_2成分を含むことにより、鋼のフェライト相を強化し、精錬後の鋼の強度が高まる傾向にある。

[0037] 本実施形態のフラックスがさらにＭｇＯ成分を含む場合、その含有率は、フラックス全体中、好ましくは０．００５質量％以上５．０質量％以下、より好ましくは０．０１質量％以上３．０質量％以下である。

本実施形態のフラックスがさらにSiO_2成分を含む場合、その含有率は、フラックス全体中、好ましくは０．３質量％以上３．０質量％以下、より好ましくは０．５質量％以上２．５質量％以下である。

[0038] ・各成分の量の定量方法について

CaF_2、Al_2O_3、ＣａＯおよびAl_2O_3とＣａＯとが反応したカルシウムアルミネートのそれぞれの結晶相の含有率は、例えば、粉末Ｘ線回折（ＸＲＤ）パターンをリートベルト法により解析することで定量分析することができる。

より具体的には、ＸＲＤ分析により得られる回折強度－入射角のチャートと結晶構造モデルからシミュレートするＸＲＤパターンと比較し、実験と計算ＸＲＤパターンの残差が最小となるように最小二乗法で質量分率を最適化する方法を通じて、各含有率を求めることができる。

[0039] また、CaF_2成分、Al_2O_3成分、ＣａＯ成分、ＭｇＯ成分、SiO_2成分などの化学成分の量は、蛍光Ｘ線元素分析法（Ｘ－ｒａｙ　Ｆｌｕｏｒｅｓｃｅｎｃｅ　Ａｎａｌｙｓｉｓ、ＸＲＦ）、イオン電極法、これら方法の組合せ、等により定量することができる。

[0040] なお、本実施形態のフラックスは、基本的には上記以外の成分をできるだけ含まないことが好ましい。すなわち、本実施形態のフラックスが含む不純物の量はできるだけ少ないことが好ましい。上記以外の成分が少ないことで、フラックスを溶解させて得たスラグの特性の変動を抑えることができる。

具体的には、不純物の含有率は、フラックス全体中、好ましくは５質量％以下、より好ましくは３質量％以下、さらに好ましくは１質量％以下である。

[0041] （フラックスの性状）

本実施形態のフラックスの性状は様々でありうる。当該フラックスの通過率を所望の値に制御する（そしてそれにより水素脆化が抑制された高純度金属を歩留まり良く製造する）観点からは、常温で粒状であることが好ましい。常温とは、例えば２５℃である。

[0042] ＜フラックスの製造方法＞

次に、本実施形態に係るフラックスの製造方法について説明する。

本実施形態のフラックスの製造方法は、少なくとも、CaF_2成分を含む化合物を焼成し、CaF_2成分を含む粒子を得る焼成工程と、少なくとも、ＣａＯ成分を含む化合物とAl_2O_3成分を含む化合物とを溶融混合してＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む溶融混合物を得る溶融混合工程と、

上記ＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む溶融混合物を粉砕することで、ＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む粉砕物を得る粉砕工程と、上記ＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む粉砕物を、ＪＩＳ　Ｚ　８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き５００μｍの篩を通すことでＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む粒子を得る選別工程と、少なくとも、上記CaF_2成分を含む粒子と上記ＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む粒子とを混合してフラックスを得る混合工程と、を含む製造方法で得ることができる。

[0043] 以下、各工程について、詳細に説明する。

[0044] （焼成工程）

はじめに、原料であるCaF_2成分を含む化合物を焼成し、CaF_2成分を含む粒子を得る。この工程により、CaF_2成分を含む粒子中の水分を蒸発させ、フラックスの吸湿性をより好適に抑制することができる。

この工程における焼成温度および焼成時間としては、CaF_2成分を含む化合物中の水分を蒸発させることができる焼成温度と焼成時間であればいずれでもよく、例えば、１２００℃で１時間焼成しても良い。

[0045] （溶融混合工程）

つづいて、前述の焼成工程において得られたCaF_2成分を含む粒子とは別に、ＣａＯ成分を含む化合物とAl_2O_3成分を含む化合物とを溶融混合してＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む溶融混合物を得る。この工程により、フラックス中におけるＣａＯ成分の含有量を制御しつつ、本実施形態のフラックスの融解温度を好適にすることができる。

このとき、ＣａＯ成分を含む化合物とAl_2O_3成分を含む化合物とを溶融

混合する溶融温度としては、１８００℃以上であることが好ましい。また、ＣａＯ成分を含む化合物とAl_2O_3成分を含む化合物とを溶融混合する溶融時間としては、３時間以上が好ましい。

[0046]（粉砕工程）

つづいて、前述の溶融混合工程において得られたＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む溶融混合物を粉砕することで、ＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む粉砕物を得る。この工程により、本実施形態のフラックスにおける通過率を制御し、本実施形態のフラックスにおける吸湿性をより好適に抑制することができる。

溶融混合物の粉砕方法としては、本実施形態のフラックスにおける通過率を達成できれば、従来公知のいずれの粉砕方法を用いてもよいが、例えば、ボールミル、ビーズミル、振動ミル、ターボミル、メカノフュージョン、ロールクラッシャー、コーンクラッシャー、ジョークラッシャー、ハンマーミル、ディスクミル、ロールミル等の粉砕・分散機；削岩機；振動ドリル；インパクトドライバ；高圧型グライディングロール；ローラ式竪型ミルやボール式竪型ミル等の竪型ミル等が挙げられる。

[0047]（選別工程）

つづいて、上記（２）で述べたように、前述の粉砕工程において得られたＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む粉砕物を、ＪＩＳ　Ｚ　８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き５００μｍの篩を通すことで篩上のＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む粒子を得る。この工程により、粉砕工程において発生した、粒度が小さく吸湿性の高い微粉を取り除き、本実施形態のフラックスにおける吸湿性をより好適に抑制することができる。

[0048]（混合工程）

最後に、前述の焼成工程において得られたCaF_2成分を含む粒子と、前述の選別工程において得られたＣａＯ成分とAl_2O_3成分を含む粒子とを混合する。

予め粒度が小さく吸湿性の高い微粉を取り除くことにより、本実施形態の

フラックスにおける通過率を制御でき、結果としてフラックスの吸湿性をより好適に抑制でき、水素脆化が抑制された高純度金属を歩留まり良く製造することができる。

[0049] ＜高純度鋼の製造方法＞

図１および図２は、原料鋼を、ＥＳＲ法により精錬し、高純度鋼を製造する方法の一例を説明するための模式図である。具体的には、図１は、ＥＳＲ法による高純度鋼の製造のスタート時の状態を模式的に表した図であり、図２は、図１のスタート時からしばらく時間が経った後の状態を模式的に表した図である。

[0050] 図１において、原料鋼（電極１０）は、電源２の一端に電気的に接続されている。原料鋼（電極１０）の組成は特に限定されない。得ようとする高純度鋼に対応するように組成を定めることができる。

原料鋼（電極１０）は、ＥＳＲ炉１内に、上下に移動可能に設置されている。製造のスタート時点においては、原料鋼（電極１０）の横部および下部に、固形状（常温で粒状）のフラックス１１Ａが敷き詰められている。フラックス１１Ａは上述の組成のものである。

ＥＳＲ炉１の導電性炉床には、電源２の他端が電気的に接続されている。

ＥＳＲ炉１の炉壁には、水冷手段などの冷却手段が設けられていてもよい（図１には図示せず）。

図１で、ＥＳＲ炉１は開放された形態で図示されているが、原料鋼の製錬は、密閉型で雰囲気調整を行うＥＳＲ炉で行われてもよい。

[0051] 高純度鋼の製造に当たっては、電源２から電流を流し、電極１０およびフラックス１１Ａに通電する。そうすると、抵抗熱によってフラックス１１Ａおよび電極１０の先端部が溶融する。フラックス１１Ａは溶融してスラグ１１となる。また、電極１０の先端部から溶融した金属は、スラグ１１中を降下する。このとき、スラグ１１中に金属中の不純物（硫黄原子など）が取り込まれて、原料鋼は精製される。降下した金属は、スラグ１１の下方に溶融プール１２を形成する。そして、次第に冷却されて高純度鋼（インゴット１

３）が生成される（以上、図２参照）。

図２においては、インゴット１３および溶融プール１２の生成に伴って、スラグ１１の液面は次第に上方に移動する。よって、それに合わせて電極１０を適切に移動させて、電極１０の再溶解を連続的に行う。

以上により、高純度鋼を得ることができる。

[0052] 以上、本発明の実施形態について述べたが、これらは本発明の例示であり、上記以外の様々な構成を採用することができる。また、本発明は上述の実施形態に限定されるものではなく、本発明の目的を達成できる範囲での変形、改良等は本発明に含まれる。

実施例

[0053] 本発明の実施態様を、実施例および比較例に基づき詳細に説明する。なお、本発明は実施例に限定されるものではない。

[0054] （フラックスの原料）

まず、原料として以下のCaF_2成分を含む化合物と、Al_2O_3成分を含む化合物と、ＣａＯ成分を含む化合物を準備した。

・CaF_2成分を含む化合物：富士フィルム和光純薬株式会社製、製品名＝ふっ化カルシウム、純度９８質量％以上

・Al_2O_3成分を含む化合物：日本軽金属株式会社製、製品名＝ＳＭＭ－２３Ａ、純度９９質量％以上

・ＣａＯ成分を含む化合物：吉澤石灰工業株式会社製、製品名＝生石灰、純度９９質量％以上

ここで、CaF_2成分を含む化合物は少量のＭｇＯ成分、SiO_2成分などを含んでいた。

これらの原料を表１に示す原料比で混合し、後述の（焼成品の製造方法）もしくは（溶融品の製造方法）に従って処理を行うことによって粒子１（CaF_2成分を含む粒子）、粒子２および３（金属酸化物を含む粒子）を得た。

また、これらの粒子の通過率を、後述の（通過率）に記載の方法に従って測定した。結果を表１に示す。

[0055] [表1]

		粒子1	粒子2	粒子3
		焼成品	溶融品	溶融品
原料比[質量部]	CaF_2	96.0		
	Al_2O_3	0.2	43.5	65.1
	CaO		55.0	33.4
通過率[%]	4.75mm篩	100.0	100.0	100.0
	2.8mm篩	99.2	71.8	64.7
	1.0mm篩	41.3	16.3	22.3
	500μm篩	18.2	1.6	3.4

[0056] なお、表１において、「焼成品」および「溶融品」とは、粒子の製造方法を示す。

以下に「焼成品」および「溶融品」の製造方法を示す。

[0057] （焼成品の製造方法）

上記原料を表１における原料比に従ってロータリーキルンに入れ、１２００℃で１時間焼成を行い、粒子を得た。

[0058] （溶融品の製造方法）

上記原料を表１における原料比に従って重力式ミキサーで混合し、ほぼ均一な混合物とした。

その後、その混合物を、三相アーク炉に投入し、電流値：３．０から３．５ｋＡ、電圧値：１５０から２００Ｖの条件で１８００℃以上に加熱して溶融させ、溶融混合物を得た。このときの溶融時間は３時間とした。

[0059] 冷却後、得られた溶融混合物をコーンクラッシャーを用いて粉砕し、ＪＩＳ　Ｚ　８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き４．７５ｍｍの篩を通すことで選別した。このとき、篩を通らなかった（篩上に残った）溶融混合物を、コーンクラッシャーを用いて再び粉砕し、ＪＩＳ　Ｚ　８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き４．７５ｍｍの篩を通すことで選別した。これらの操作をすべての溶融混合物が篩を通る（篩下に落ちる）まで行った。その後、ＪＩＳ　Ｚ　８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き５００μｍの篩を通すことで選別し、粒子を得た。このときの粒子の通過率を上記表１に示す。

[0060] ＜実施例１および２＞

得られた粒子１～３を重力式ミキサーで混合することで実施例１および２

のフラックスを得た。混合の割合は、実施例１では粒子１：６２．２質量％、粒子２：３７．８質量％とし、実施例２では粒子１：４０．２質量％、粒子２：３５．４質量％、粒子３：２４．４質量％とした。

[0061] ＜比較例１＞

まず、原料の、CaF_2成分を含む化合物と、Al_2O_3成分を含む化合物と、ＣａＯ成分を含む化合物とを重力式ミキサーで混合し、ほぼ均一な混合物とした。混合の割合は、CaF_2成分を含む化合物：４２．３質量％、Al_2O_3成分を含む化合物：３１．４質量％、ＣａＯ成分を含む化合物：２７．３質量％とした。

次に、この混合物を、ＪＩＳ　Ｚ　８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き５００μｍの篩を通さないこと以外は前述の（溶融品の製造方法）と同様の方法によって処理し、得られた粒子を比較例１とした。

[0062] ＜評価＞

得られた各実施例および比較例のフラックスについて、以下の方法で評価を行った。

[0063] （通過率）

得られた各実施例および比較例のフラックスを以下（１）～（５）に従って篩分けし、通過率を測定した。結果を表２に示す。

[0064] （１）フラックスを、２５℃でＪＩＳ　Ｚ８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き４．７５ｍｍの篩（ＡＳＴＭ　Ｅ１１のＮｏ．４の篩に相当）に通し、篩残分が残らない（＝通過率が１００％である）ことを確認した（今回は、実施例１～２および比較例１のいずれにおいても、篩残分は確認されなかった）。

（２）フラックスを、ＪＩＳ　Ｚ８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き２．８ｍｍの篩（ＡＳＴＭ　Ｅ１１のＮｏ．７の篩に相当）に通した。これにより、粒度が２．８ｍｍ以上のフラックスを選別した。そして、篩を通過した成分の質量を測定した。

（３）フラックスを、ＪＩＳ　Ｚ８８０１－１：２０１９で規定された公称

目開き１ｍｍの篩（ＡＳＴＭ　Ｅ１１のＮｏ．１８の篩に相当）に通した。これにより、粒度が１ｍｍ以上のフラックスを選別した。そして、篩を通過した成分の質量を測定した。

（４）フラックスを、ＪＩＳ　Ｚ８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き５００μｍの篩（ＡＳＴＭ　Ｅ１１のＮｏ．３５の篩に相当）に通した。これにより、粒度が０．５ｍｍ以上のフラックスと、粒度が０．５ｍｍ未満のフラックスを選別した。そして、粒度が０．５ｍｍ以上のフラックス（篩残分）の質量と、粒度が０．５ｍｍ未満のフラックス（篩を通過した成分）の質量を測定した。

（５）上記（２）～（４）で測定した各粒度のフラックスの質量について、篩分け前のフラックスの質量に対する割合を算出し、通過率とした。

[0065]（初期含水率および吸湿性の測定）

フラックス全体としての吸湿性に加え、粒度による吸湿性の違いについても調べるため、フラックスを粒度別に分けたうえで、３０℃、８５％ＲＨ環境下に暴露した。具体的には以下（１）～（６）の手順で、フラックスの篩分け、含水率測定などを行った。

[0066]（１）フラックスを、ＪＩＳ　Ｚ８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き４．７５ｍｍの篩（ＡＳＴＭ　Ｅ１１のＮｏ．４の篩に相当）に通し、篩残分が残らないことを確認した（今回は、実施例１～２および比較例１のいずれにおいても、篩残分は確認されなかった）。

（２）フラックスを、ＪＩＳ　Ｚ８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き２．８ｍｍの篩（ＡＳＴＭ　Ｅ１１のＮｏ．７の篩に相当）に通した。これにより、粒度が２．８ｍｍ以上４．７５ｍｍ未満のフラックスを選別した。そして、篩を通過できなかった篩残分の質量を測定した。

（３）上記（２）で篩を通過した成分を、ＪＩＳ　Ｚ８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き１．０ｍｍの篩（ＡＳＴＭ　Ｅ１１のＮｏ．１８の篩に相当）に通した。これにより、粒度が１．０ｍｍ以上２．８ｍｍ未満のフラックスを選別した。そして、篩を通過できなかった篩残分の質量を測

定した。

（４）上記（３）で篩を通過した成分を、ＪＩＳ　Ｚ８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き５００μｍの篩（ＡＳＴＭ　Ｅ１１のＮｏ．３５の篩に相当）に通した。これにより、粒度が０．５ｍｍ以上１ｍｍ未満のフラックスと、粒度が０．５ｍｍ未満のフラックスを選別した。そして、粒度が０．５ｍｍ以上１ｍｍ未満のフラックス（篩残分）の質量と、粒度が０．５ｍｍ未満のフラックス（篩を通過した成分）の質量を測定した。

[0067] （５）上記で得られた、粒度が２．８ｍｍ以上４．７５ｍｍ未満のフラックス、粒度が１．０ｍｍ以上２．８ｍｍ未満のフラックス、粒度が０．５ｍｍ以上１ｍｍ未満のフラックス、および、粒度が０．５ｍｍ未満のフラックスのそれぞれを別々に、装置（日東精工アナリテック株式会社／ＣＡ－３１０型）にかけて、カールフィッシャー法により含水率を求めた。

[0068] （６）上記の各粒度のフラックスのそれぞれを別々に、上部が開放された円筒型アルミ皿（上部径：φ５９ｍｍ、下部径：φ４５ｍｍ）に各粒度５点×１０ｇずつ（計１５点）入れ、３０℃、８５％ＲＨ環境下で経時させた。そして、経時開始から７日、１４日、２８日後に、各粒度のフラックスの入ったアルミ皿を内部のフラックスごと取り出し、十分に混合後、上記（５）と同様にして含水率を求めた。結果を表２に示す。

[0069]

[表2]

	配合比[質量%]							通過率[%]					含水率[質量%]					
	粒子1	粒子2	粒子3	CaF_2	Al_2O_3	CaO	合計	4.75mm篩	2.8mm篩	1.0mm篩	500μm篩	粒度[mm]	保管日数 0日	7日	14日	28日
比較例1				42.3	31.4	27.3	101.0	100.0	79.8	45.8	27.5	4.75-2.8	0.032	0.086	0.109	0.120
												2.8-1.0	0.032	0.084	0.102	0.122
												1.0-0.5	0.049	0.143	0.164	0.198
												0-0.5	0.090	0.307	0.350	0.389
												全粒度	0.044	0.132	0.156	0.178
実施例1	62.2	37.8	0.0				100.0	100.0	77.9	21.1	7.6	4.75-2.8	0.005	0.006	0.007	0.007
												2.8-1.0	0.007	0.010	0.010	0.011
												1.0-0.5	0.015	0.023	0.025	0.026
												0-0.5	0.043	0.057	0.066	0.067
												全粒度	0.011	0.014	0.015	0.016
実施例2	40.2	35.4	24.4				100.0	100.0	81.6	27.0	6.2	4.75-2.8	0.006	0.007	0.008	0.009
												2.8-1.0	0.009	0.011	0.013	0.014
												1.0-0.5	0.024	0.034	0.037	0.039
												0-0.5	0.065	0.086	0.097	0.099
												全粒度	0.014	0.017	0.019	0.020

[0070] 表２において、経時による含水率変化を粒度別にみると、粒度が小さいほど含水率が大きくなる傾向にあることが分かる。

[0071] ＜高純度鋼の製造（精錬）＞

製造後２８日以上経過した実施例１～２のフラックスを、乾燥処理を行わずにそのまま用いて、図１、２に示されたようなＥＳＲ炉により、硫黄などの不純物を含む原料鋼を精錬してインゴットを製造した。水素脆化が十分に

抑えられたインゴットを、歩留まりよく製造可能なことを確認した。

一方、実施例１～２のフラックスの代わりに、製造後２８日以上経過した比較例１のフラックスを、乾燥処理を行わずにそのまま用いたところ、実施例１～２に比べて水素脆化が抑えられず、インゴットの歩留まりは悪い結果であった。

[0072] 以上より、目開き５００μｍ篩の通過率が１８％以下であるフラックスを用いて、ＥＳＲ法により原料鋼を精錬することで、吸湿性が低く、水素脆化が抑制された高純度金属を歩留まり良く製造できることがわかった。

[0073] この出願は、２０２１年１１月９日に出願された日本出願特願２０２１－１８２３５０号を基礎とする優先権を主張し、その開示の全てをここに取り込む。

符号の説明

[0074] １ ＥＳＲ炉

２ 電源

１０ 電極

１１Ａ フラックス

１１ スラグ

１２ 溶融プール

１３ インゴット

請求の範囲

[請求項1] エレクトロスラグ再溶解法に用いられるフラックスであって、

２５℃で粒状であり、

当該フラックスを、ＪＩＳ　Ｚ　８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き５００μｍの篩に通したとき、篩にかけた当該フラックスの質量に対する、篩下に落下した当該フラックスの質量の比率である通過率が１８％以下であるフラックス。

[請求項2] 請求項１に記載のフラックスであって、

当該フラックスを、ＪＩＳ　Ｚ　８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き１．０ｍｍの篩に通したとき、篩にかけた当該フラックスの質量に対する、篩下に落下した当該フラックスの質量の比率である通過率が４０％以下であるフラックス。

[請求項3] 請求項１または２に記載のフラックスであって、

当該フラックスを、ＪＩＳ　Ｚ　８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き２．８ｍｍの篩に通したとき、篩にかけた当該フラックスの質量に対する、篩下に落下した当該フラックスの質量の比率である通過率が９０％以下であるフラックス。

[請求項4] 請求項１～３のいずれか１項に記載のフラックスであって、

CaF_2成分と、Al_2O_3成分と、を含むフラックス。

[請求項5] 請求項１～４のいずれか１項に記載のフラックスであって、

CaF_2成分を含む粒子と、金属酸化物を含む粒子と、の混合物を含むフラックス。

[請求項6] 請求項５に記載のフラックスであって、

前記金属酸化物としてAl_2O_3成分を含むフラックス。

[請求項7] 請求項６に記載のフラックスであって、

前記金属酸化物としてさらにＣａＯ成分を含むフラックス。

[請求項8] 請求項１～７のいずれか１項に記載のフラックスの製造方法であって、

少なくとも、ＣａＦ$_2$成分を含む化合物を焼成し、ＣａＦ$_2$成分を含む粒子を得る焼成工程と、

少なくとも、ＣａＯ成分を含む化合物とＡｌ$_2$Ｏ$_3$成分を含む化合物とを溶融混合してＣａＯ成分とＡｌ$_2$Ｏ$_3$成分を含む溶融混合物を得る溶融混合工程と、

前記ＣａＯ成分とＡｌ$_2$Ｏ$_3$成分を含む溶融混合物を粉砕することで、ＣａＯ成分とＡｌ$_2$Ｏ$_3$成分を含む粉砕物を得る粉砕工程と、

前記ＣａＯ成分とＡｌ$_2$Ｏ$_3$成分を含む粉砕物を、ＪＩＳ　Ｚ　８８０１－１：２０１９で規定された公称目開き５００μｍの篩を通すことで篩上のＣａＯ成分とＡｌ$_2$Ｏ$_3$成分を含む粒子を得る選別工程と、

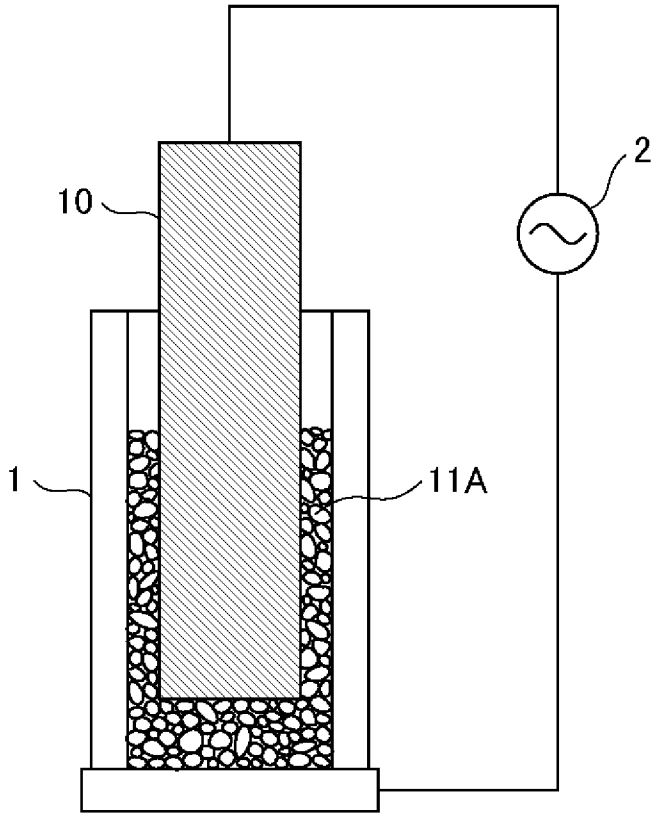
少なくとも、前記ＣａＦ$_2$成分を含む粒子と、前記選別工程で得られた篩上のＣａＯ成分とＡｌ$_2$Ｏ$_3$成分を含む粒子とを混合してフラックスを得る混合工程と、

を含む、フラックスの製造方法。

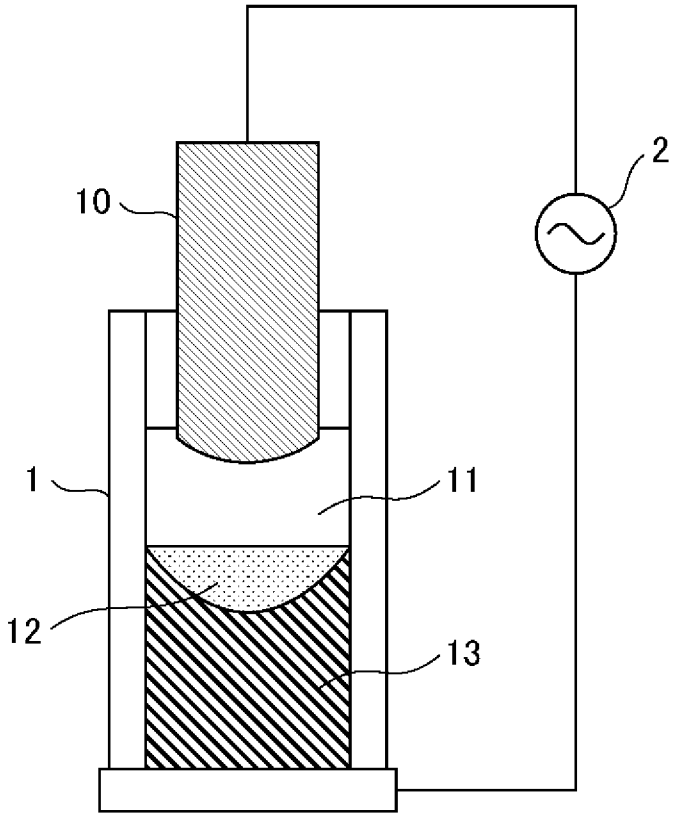
[請求項9] 原料鋼を、エレクトロスラグ再溶解法による再溶解によって高純度鋼に精錬する工程を含む、高純度鋼の製造方法であって、

溶融スラグとして、請求項１～７のいずれか１項に記載のフラックスの溶融物を用いる、高純度鋼の製造方法。

[図1]



[図2]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2022/033882

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C22B 9/18(2006.01)i; ***C21C 7/00***(2006.01)i
FI: C22B9/18 F; C21C7/00 E

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C22B9/18; C21C7/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2022
Registered utility model specifications of Japan 1996-2022
Published registered utility model applications of Japan 1994-2022

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2020/195840 A1 (DENKA CO., LTD.) 01 October 2020 (2020-10-01) table 1, paragraphs [0039], [0059], claims	1, 4-7, 9
A	table 1, paragraphs [0039], [0059], claims	2, 3, 8
A	WO 2020/195838 A1 (DENKA CO., LTD.) 01 October 2020 (2020-10-01)	1-9
A	JP 7-62461 A (DAIDO STEEL CO., LTD.) 07 March 1995 (1995-03-07)	1-9
A	JP 54-103718 A (HITACHI, LTD.) 15 August 1979 (1979-08-15)	1-9

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☑ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
11 October 2022	**25 October 2022**
Name and mailing address of the ISA/JP **Japan Patent Office (ISA/JP)** **3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915** **Japan**	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2022/033882

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
WO 2020/195840 A1	01 October 2020	EP 3950172 A1 table 1, paragraphs [0061], [0103]-[0105], claims	
WO 2020/195838 A1	01 October 2020	EP 3950173 A1	
JP 7-62461 A	07 March 1995	(Family: none)	
JP 54-103718 A	15 August 1979	(Family: none)	

国際調査報告

国際出願番号
PCT/JP2022/033882

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））
C22B 9/18(2006.01)i; C21C 7/00(2006.01)i
FI: C22B9/18 F; C21C7/00 E

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））
C22B9/18; C21C7/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの
日本国実用新案公報　１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報　１９７１－２０２２年
日本国実用新案登録公報　１９９６－２０２２年
日本国登録実用新案公報　１９９４－２０２２年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー*	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
X	WO 2020/195840 A1 (デンカ株式会社) 01.10.2020 (2020-10-01) 表１，段落0039，0059，請求の範囲	1,4-7,9
A	表１，段落0039，0059，請求の範囲	2,3,8
A	WO 2020/195838 A1 (デンカ株式会社) 01.10.2020 (2020-10-01)	1-9
A	JP 7-62461 A (大同特殊鋼株式会社) 07.03.1995 (1995-03-07)	1-9
A	JP 54-103718 A (日立製作所) 15.08.1979 (1979-08-15)	1-9

☐ Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☑ パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊ 引用文献のカテゴリー
“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
“E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
“L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
“P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
“X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
“Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
“&” 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
11.10.2022	25.10.2022

名称及びあて先
日本国特許庁(ISA/JP)
〒100-8915
日本国
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

権限のある職員（特許庁審査官）
瀧澤　佳世 4E 4426

電話番号 03-3581-1101 内線 3425

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号
PCT/JP2022/033882

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
WO 2020/195840 A1	01.10.2020	EP 3950172 A1 表１，0061，0103-0105，請求の範囲	
WO 2020/195838 A1	01.10.2020	EP 3950173 A1	
JP 7-62461 A	07.03.1995	（ファミリーなし）	
JP 54-103718 A	15.08.1979	（ファミリーなし）	