



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2021-0110366  
(43) 공개일자 2021년09월07일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C21D 8/12 (2006.01) C21D 9/46 (2006.01)  
C22C 38/00 (2006.01) C22C 38/34 (2006.01)  
C22C 38/42 (2006.01) C22C 38/44 (2006.01)  
C22C 38/46 (2006.01) C22C 38/48 (2006.01)  
C22C 38/50 (2006.01) C22C 38/54 (2006.01)  
C23C 22/00 (2018.01)
- (52) CPC특허분류  
C21D 8/1222 (2013.01)  
C21D 8/1233 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2021-7024425
- (22) 출원일자(국제) 2020년01월16일  
심사청구일자 2021년08월02일
- (85) 번역문제출일자 2021년08월02일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2020/001139
- (87) 국제공개번호 WO 2020/149320  
국제공개일자 2020년07월23일
- (30) 우선권주장  
JP-P-2019-005128 2019년01월16일 일본(JP)

- (71) 출원인  
닛폰세이테츠 가부시키가이샤  
일본 도쿄도 지요다쿠 마루노우찌 2쵸메 6방 1고
- (72) 발명자  
우시가미 요시유키  
일본 1008071 도쿄도 치요다쿠 마루노우치 2쵸메 6방 1고 닛폰세이테츠 가부시키가이샤 내  
나카무라 슈이치  
일본 1008071 도쿄도 치요다쿠 마루노우치 2쵸메 6방 1고 닛폰세이테츠 가부시키가이샤 내  
후지이 히로야스  
일본 1008071 도쿄도 치요다쿠 마루노우치 2쵸메 6방 1고 닛폰세이테츠 가부시키가이샤 내
- (74) 대리인  
양영준, 최인호, 성재동

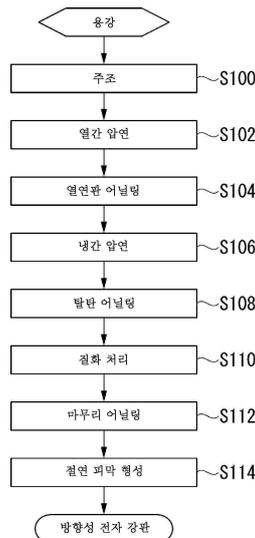
전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 방향성 전자 강판의 제조 방법

(57) 요약

이 방향성 전자 강판의 제조 방법은, 규소 강 소재를 제조하는 규소 강 소재 제조 공정과, 상기 규소 강 소재를 열간 압연하여 열연판을 얻는 열간 압연 공정과, 상기 열연판에 1회의 냉간 압연 혹은 중간 어닐링을 사이에 두는 복수회의 냉간 압연을 실시하여 최종 판 두께의 강판을 얻는 냉간 압연 공정과, 상기 강판에, 가열대와 균열

(뒷면에 계속)  
대표도 - 도1



대를 구비하는 탈탄 어닐링로를 사용하여 탈탄 어닐링을 실시하는 탈탄 어닐링 공정과, 상기 강관에, 알루미늄을 주성분으로 하는 어닐링 분리제를 도포하여, 마무리 어닐링을 실시하는 마무리 어닐링 공정을 포함하고, 상기 탈탄 어닐링 공정에서는, 상기 규소 강 소재의 Cr 함유량을 질량%로 X라 한 때, 상기 가열대의 분위기 가스의 산화도 P1이 하기의 식 1을 만족시키고, 또한 상기 균열대의 분위기 가스의 산화도 P2가 하기의 식 2를 만족시킨다.

$$0.18X - 0.008 \leq P1 \leq 0.25X + 0.15 \leq 0.20$$

(식 1)

$$0.01 \leq P2 \leq 0.15 \quad (\text{식 2})$$

(52) CPC특허분류

*C21D 8/1272* (2013.01)

*C21D 8/1283* (2013.01)

*C21D 9/46* (2013.01)

*C22C 38/001* (2013.01)

*C22C 38/34* (2013.01)

*C22C 38/42* (2013.01)

*C22C 38/46* (2013.01)

*C22C 38/48* (2013.01)

*C22C 38/54* (2013.01)

**명세서**

**청구범위**

**청구항 1**

규소 강 소재를 제조하는 규소 강 소재 제조 공정과,

상기 규소 강 소재를 열간 압연하여 열연판을 얻는 열간 압연 공정과,

상기 열연판에 1회의 냉간 압연 혹은 중간 어닐링을 사이에 두는 복수회의 냉간 압연을 실시하여 최종 판 두께의 강판을 얻는 냉간 압연 공정과,

상기 강판에, 가열대와 균열대를 구비하는 탈탄 어닐링로를 사용하여 탈탄 어닐링을 실시하는 탈탄 어닐링 공정과,

상기 강판에, 알루미늄을 주성분으로 하는 어닐링 분리제를 도포하여, 마무리 어닐링을 실시하는 마무리 어닐링 공정을 포함하고,

상기 규소 강 소재가, 질량%로,

Si: 0.8 내지 7.0%,

C: 0.085% 이하,

산 가용성 Al: 0.010 내지 0.065%,

N: 0.004 내지 0.012%,

Mn: 1.00% 이하,

S: 0.050% 이하 및

Cr: 0.02 내지 0.50%

를 함유하고, 잔부가 Fe 및 불순물로 이루어지고,

상기 탈탄 어닐링 공정에서는,

상기 규소 강 소재의 Cr 함유량을 질량%로 X라 한 때, 상기 가열대의 분위기 가스의 산화도 P1이 하기의 식 1을 만족시키고, 또한 상기 균열대의 분위기 가스의 산화도 P2가 하기의 식 2를 만족시키는

것을 특징으로 하는 방향성 전자 강판의 제조 방법.

$$0.18X - 0.008 \leq P1 \leq 0.25X + 0.15 \leq 0.20$$

(식 1)

$$0.01 \leq P2 \leq 0.15 \quad (\text{식 2})$$

**청구항 2**

제1항에 있어서, 상기 P1이 하기의 식 3을 만족시키는 것을 특징으로 하는 방향성 전자 강판의 제조 방법.

$$0.3X + 0.025 \leq P1 \leq 0.25X + 0.15 \leq 0.20 \quad (\text{식 3})$$

**청구항 3**

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 P1 및 상기 P2가 하기의 식 4를 만족시키는

것을 특징으로 하는 방향성 전자 강판의 제조 방법.

$$P1 > P2 \quad (\text{식 4})$$

**청구항 4**

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 규소 강 소재가, 또한, 질량%로,

Cu: 0% 이상 0.4% 이하,

P: 0% 이상 0.5% 이하,

Ni: 0% 이상 1.0% 이하,

B: 0% 이상 0.008% 이하,

V: 0% 이상 0.15% 이하,

Nb: 0% 이상 0.20% 이하,

Mo: 0% 이상 0.10% 이하,

Ti: 0% 이상 0.015% 이하 및

Bi: 0% 이상 0.010% 이하

를 함유하는

것을 특징으로 하는 방향성 전자 강관의 제조 방법.

**청구항 5**

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 탈탄 어닐링 공정 전부터 상기 마무리 어닐링 공정에서의 2차 재결정 발현 전까지, 질화 처리 공정을 더 포함하는

것을 특징으로 하는 방향성 전자 강관의 제조 방법.

**청구항 6**

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 열간 압연 공정 후, 또한 상기 냉간 압연 공정 전에, 상기 열간 압연 공정에서 얻어진 상기 열연판을 어닐링하는 열연판 어닐링 공정을 더 포함하는

것을 특징으로 하는 방향성 전자 강관의 제조 방법.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은, 방향성 전자 강관의 제조 방법에 관한 것이다.

[0002] 본원은, 2019년 1월 16일에, 일본에 출원된 일본 특허 출원 제2019-005128호에 기초하여 우선권을 주장하고, 그 내용을 여기에 원용한다.

**배경 기술**

[0003] 방향성 전자 강관은, 연자성 재료이고, 주로, 변압기의 철심 재료로서 사용할 수 있다. 그 때문에, 방향성 전자 강관에는, 고자화 특성 및 저철손이라는 자기 특성이 요구된다. 자화 특성이란, 철심을 여자한 때 유기되는 자속 밀도이다. 자속 밀도가 높을수록, 철심을 소형화할 수 있으므로, 변압기의 장치 구성의 점에서 유리하고, 또한 변압기의 제조 비용의 점에서도 유리하다.

[0004] 자화 특성을 높게 하기 위해서는, 강관면에 평행하게 {110}면이 정렬되고, 또한 압연 방향으로 <100>축이 정렬된 결정 방위(고스 방위)로 되도록 집합 조직을 제어할 필요가 있다. 결정 방위를 고스 방위에 집적하기 위해, AlN, MnS 및 MnSe 등의 인히비터를 강 중에 미세하게 석출시켜, 2차 재결정을 제어하는 것이 통상 행해지고 있다.

[0005] 또한, 자기 특성으로서, 자속 밀도(800A/m의 자장을 부여한 때의 자속 밀도 B8값으로 대표됨)가 높고, 철손(자속 밀도 1.7 테슬라(T), 주파수 50헤르츠(Hz)의 에너지 손실  $W_{17/50}$ (W/kg)으로 대표됨)이 낮은 것이 요구된다.

- [0006] 철손이란, 철심을 교류 자장에서 여자한 경우에, 열에너지로서 소비되는 전력 손실이다. 에너지 절약의 관점에서, 철손은 가능한 한 낮은 것이 요구된다. 철손의 고저에는, 자화율, 판 두께, 피막 장력, 불순물량, 전기 저항률, 결정 입경, 자구 사이즈 등이 영향을 끼친다. 전자 강판에 관하여, 다양한 기술이 개발되고 있는 현재에 있어서도, 에너지 효율을 높이기 위해, 철손을 저감시키는 연구 개발이 계속되고 있다.
- [0007] 전자 강판이 적층 철심으로서 사용되는 경우, 마무리 어닐링 후의 강판에 레이저 빔을 조사하여 국부적인 미소 변형을 부여함으로써 자구를 세분화하여 철손을 저감시키는 방법이, 특허문헌 1(일본 특허 공개 소58-26405호 공보)에 개시되어 있다.
- [0008] 또한, 전자 강판이 권취 철심으로서 사용되는 경우에는, 철심에 가공한 후, 응력 제거 어닐링(Stress Release Annealing: 응력 제거 어닐링)을 실시해도 자구 세분화 효과가 소실되지 않는 방법이, 특허문헌 2(일본 특허 공개 소62-86175호 공보)에 개시되어 있다. 이들 기술적 수단을 사용하여 자구를 세분화함으로써, 철손은 크게 저감된다.
- [0009] 그러나, 본 발명자들이, 상기와 같은 자구 세분화를 행한 경우의 자구의 움직임 관찰한바, 움직이지 않는 자구도 존재하는 것이 판명되었다. 그래서 본 발명자들은, 방향성 전자 강판의 철손값을 더 저감시키기 위해서는, 자구를 세분화하는 동시에, 강판 표면의 글래스 피막에 의해 발생하는, 자구의 움직임을 저해하는 플릭스 피닝 효과를 없애는 것이 중요하다는 인식에 이르렀다.
- [0010] 상술한 바와 같은 자구 이동의 용이화를 도모하기 위해서는, 강판 표면에 글래스 피막을 형성시키지 않는 것이 유효하다. 그 수단으로서, 조대한 고순도 알루미늄을 어닐링 분리제로서 사용함으로써 강판 표면에 글래스 피막을 형성시키지 않는 방법이, 특허문헌 3(미국 특허 제3785882호 명세서)에 개시되어 있다. 그러나, 이 방법에서는 표면 바로 아래의 개재물을 없앨 수 없어, 철손의 향상값은,  $W_{15/60}$ 으로 겨우 2%에 지나치지 않는다.
- [0011] 이 표면 바로 아래의 개재물을 제어하고, 또한 표면의 경면화를 달성하는 방법으로서, 마무리 어닐링 후에 화학 연마 혹은 전해 연마를 행하는 방법이, 특허문헌 4(일본 특허 공개 소64-83620호 공보)에 개시되어 있다. 그러나, 화학 연마·전해 연마 등의 방법은, 실험실 레벨의 시료의 재료를 가공하는 것은 가능하지만, 상기 방법을 공업적 규모로 행하기 위해서는, 약액의 농도, 온도의 관리나, 공해 대책 설비 등의 설치의 문제를 해결해야만 한다. 또한, 생산성의 관점에서, 상기 방법을 실용화하는 것은 매우 곤란하다.
- [0012] 이 문제점을 해소하는 방법으로서, 탈탄 어닐링을, Fe계 산화물( $Fe_2SiO_4$ ,  $FeO$  등)이 형성되지 않는 산화도의 분위기 가스 중에서 행하고, 판 사이의 어닐링 분리제로서 알루미늄을 사용하는 방법이, 특허문헌 5(일본 특허 공개 평07-118750호 공보)에 개시되어 있다. 그러나, 본 프로세스를 공업적으로 실시하려고 해도, 안정적으로 탈탄을 진행시키면서 양호한 자기 특성을 얻는 것은 곤란한 것이 판명되어 왔다.

**선행기술문헌**

**특허문헌**

- [0013] (특허문헌 0001) 일본 특허 공개 소58-026405호 공보
- (특허문헌 0002) 일본 특허 공개 소62-86175호 공보
- (특허문헌 0003) 미국 특허 제3785882호 명세서
- (특허문헌 0004) 일본 특허 공개 소64-083620호 공보
- (특허문헌 0005) 일본 특허 공개 평07-118750호 공보

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

- [0014] 본 발명은 상술한 바와 같은 문제를 감안하여 이루어진 것이고, 탈탄 어닐링에 있어서의 탈탄을 양호하게 실시 하면서, 또한 자기 특성이 양호한 방향성 전자 강판을 제조하기 위한 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

**과제의 해결 수단**

[0015] (1) 본 발명의 일 형태에 관한 방향성 전자 강관의 제조 방법은, 규소 강 소재를 제조하는 규소 강 소재 제조 공정과, 규소 강 소재를 열간 압연하여 열연판을 얻는 열간 압연 공정과, 상기 열연판에 1회의 냉간 압연 혹은 중간 어닐링을 사이에 두는 복수회의 냉간 압연을 실시하여 최종 판 두께의 강관을 얻는 냉간 압연 공정과, 상기 강관에, 가열대와 균열대를 구비하는 탈탄 어닐링로를 사용하여 탈탄 어닐링을 실시하는 탈탄 어닐링 공정과, 상기 강관에, 알루미늄을 주성분으로 하는 어닐링 분리제를 도포하여, 마무리 어닐링을 실시하는 마무리 어닐링 공정을 포함하고, 상기 규소 강 소재가, 질량%로, Si: 0.8 내지 7.0%, C: 0.085% 이하, 산 가용성 Al: 0.010 내지 0.065%, N: 0.004 내지 0.012%, Mn: 1.00% 이하, S: 0.050% 이하 및 Cr: 0.02 내지 0.50% 를 함유하고, 잔부가 Fe 및 불순물로 이루어지고, 상기 탈탄 어닐링 공정에서는, 상기 규소 강 소재의 Cr 함유량을 질량%로 X라 한 때, 상기 가열대의 분위기 가스의 산화도 P1이 하기의 식 1을 만족시키고, 또한 상기 균열대의 분위기 가스의 산화도 P2가 하기의 식 2를 만족시킨다.

$$0.18X - 0.008 \leq P1 \leq 0.25X + 0.15 \leq 0.20$$

[0016] (식 1)

[0017]  $0.01 \leq P2 \leq 0.15$  (식 2)

[0018] (2) 상기 (1)에 기재된 방향성 전자 강관의 제조 방법에서는, 상기 P1이 하기의 식 3을 만족시켜도 된다.

[0019]  $0.3X + 0.025 \leq P1 \leq 0.25X + 0.15 \leq 0.20$  (식 3)

[0020] (3) 상기 (1) 또는 (2)에 기재된 방향성 전자 강관의 제조 방법에서는, 상기 P1 및 상기 P2가 하기의 식 4를 만족시켜도 된다.

[0021]  $P1 > P2$  (식 4)

[0022] (4) 상기 (1) 내지 (3) 중 어느 한 항에 기재된 방향성 전자 강관의 제조 방법에서는, 상기 규소 강 소재가, 또한, 질량%로, Cu: 0% 이상 0.4% 이하, P: 0% 이상 0.5% 이하, Ni: 0% 이상 1.0% 이하, B: 0% 이상 0.008% 이하, V: 0% 이상 0.15% 이하, Nb: 0% 이상 0.20% 이하, Mo: 0% 이상 0.10% 이하, Ti: 0% 이상 0.015% 이하 및 Bi: 0% 이상 0.010% 이하를 함유해도 된다.

[0023] (5) 상기 (1) 내지 (4) 중 어느 한 항에 기재된 방향성 전자 강관의 제조 방법에서는, 탈탄 어닐링 공정 전부터 상기 마무리 어닐링 공정에서의 2차 재결정 발현 전까지, 질화 처리 공정을 더 포함해도 된다.

[0024] (6) 상기 (1) 내지 (5) 중 어느 한 항에 기재된 방향성 전자 강관의 제조 방법에서는, 상기 열간 압연 공정 후, 또한 상기 냉간 압연 공정 전에, 상기 열간 압연 공정에서 얻어진 상기 열연판을 어닐링하는 열연판 어닐링 공정을 더 포함해도 된다.

**발명의 효과**

[0025] 본 발명의 상기 양태에 의하면, 탈탄 어닐링에 있어서의 탈탄을 양호하게 실시하면서, 또한 자기 특성이 양호한 방향성 전자 강관이 얻어지는, 방향성 전자 강관의 제조 방법을 제공할 수 있다.

**도면의 간단한 설명**

[0026] 도 1은 본 발명의 일 실시 형태에 관한 방향성 전자 강관의 제조 방법을 설명하기 위한 흐름도이다.  
 도 2는 실시예 3의, Cr 함유량 X(질량%)와 탈탄 어닐링의 가열대의 분위기 가스 산화도 P1의 관계성을 도시하는 그래프이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0027] 종래, 방향성 전자 강관의 자기 특성을 개선시키기 위해, 상술한 바와 같은 검토가 이루어져 왔지만, 여전히 해결해야 할 상기와 같은 과제가 있다. 본 발명자들은, 이러한 과제를 해결하기 위해 다양한 실험을 행하였다. 그 결과, 강 성분으로서 Cr을 적량 함유시킴과 함께, 탈탄 어닐링 공정의 균열대와 가열대의 분위기 가스의 산화도(P<sub>H20</sub>/P<sub>H2</sub>)를 제어함으로써, 탈탄을 양호하게 실시하면서 자기 특성이 양호한 방향성 전자 강관을 제조할 수

있는 것을 알아냈다.

- [0028] 이하에, 본 발명의 적합한 실시 형태에 대하여 설명한다. 단, 본 발명은 이들 실시 형태에 개시된 구성에만 제한되지 않고, 본 발명의 취지를 일탈하지 않는 범위에서 다양한 변형이 가능한 것은 자명하다.
- [0029] 또한, 이하의 실시 형태의 독립된 각 요소는, 본 발명의 범위에 있어서, 서로 조합 가능한 것도 자명하다.
- [0030] 또한, 이하의 실시 형태에 있어서, 수치 한정 범위에는, 하한값 및 상한값이 그 범위에 포함된다. 단, 「초과」 또는 「미만」이라고 나타내는 수치는, 그 값이 수치 범위에 포함되지 않는다.
- [0031] 또한, 특별히 언급하지 않는 한, 이하의 실시 형태에 있어서의 화학 성분의 「%」는 「질량%」를 의미한다.
- [0032] 이하에, 본 발명의 일 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판의 제조 방법에 대하여 설명한다.
- [0033] 이하의 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판의 제조 방법은, 규소 강 소재를 제조하는 규소 강 소재 제조 공정과, 규소 강 소재를 열간 압연하여 열연판을 얻는 열간 압연 공정과, 열연판에 1회의 냉간 압연 혹은 중간 어닐링을 사이에 두는 복수회의 냉간 압연을 실시하여 최종 판 두께의 강판을 얻는 냉간 압연 공정과, 강판에, 가열대와 균열대를 구비하는 탈탄 어닐링로를 사용하여 탈탄 어닐링을 실시하는 탈탄 어닐링 공정과, 강판에 알루미늄을 주성분으로 하는 어닐링 분리제를 도포하여, 마무리 어닐링을 실시하는 마무리 어닐링 공정을 포함하고, 규소 강 소재가, 질량%로, Si: 0.8 내지 7.0%, C: 0.085% 이하, 산 가용성 Al: 0.010 내지 0.065%, N: 0.004 내지 0.012%, Mn: 1.00% 이하, S: 0.050% 이하 및 Cr: 0.02 내지 0.50%를 함유하고, 잔부가 Fe 및 불순물로 이루어지고, 탈탄 어닐링 공정에서는, 규소 강 소재의 Cr 함유량을 질량%로 X라 한 때, 가열대의 분위기 가스의 산화도 P1이 하기의 식 1을 만족시키고, 또한 균열대의 분위기 가스의 산화도 P2가 하기의 식 2를 만족시키는 것을 특징으로 한다. 또한, 상술한 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판의 제조 방법에서는, 열간 압연 공정 후, 또한 냉간 압연 공정 전에, 열간 압연 공정에서 얻어진 열연판을 어닐링하는 열연판 어닐링 공정을 더 포함해도 된다.

$$0.18X - 0.008 \leq P1 \leq 0.25X + 0.15 \leq 0.20$$

[0034] (식 1)

$$0.01 \leq P2 \leq 0.15 \quad (\text{식 2})$$

[0035] [규소 강 소재의 화학 성분]

- [0036] Si는, 함유량을 많게 하면 전기 저항이 높아져, 철손 특성이 개선된다. 그러나, Si 함유량이 7.0%를 초과하면 냉연이 매우 곤란해져, 압연 시에 강 소재가 균열되어 버린다. 그 때문에, Si 함유량의 상한을 7.0%로 한다. Si 함유량의 상한은 바람직하게는 4.5%, 더욱 바람직하게는 4.0%이다.
- [0037] 또한, Si 함유량이 0.8%보다 적으면 처리 어닐링 시에  $\gamma$  변태가 발생하여, 강판의 결정 방위가 손상되어 버린다. 그 때문에, Si 함유량의 하한을 0.8%로 한다. Si 함유량의 하한은, 바람직하게는 2.0%, 더욱 바람직하게는 2.5%이다.
- [0038] C는, 1차 재결정 조직을 제어하는 데 유효한 원소이지만, 자기 특성에 악영향을 끼치므로, 마무리 어닐링 전에 탈탄 처리를 실시하여 제거할 필요가 있다.
- [0039] 규소 강 소재의 C 함유량이 0.085%보다 많으면, 탈탄 어닐링 시간이 길어져, 공업 생산에 있어서의 생산성이 손상되어 버린다. 그 때문에, C 함유량의 상한을 0.085%로 한다. C 함유량의 상한은, 바람직하게는 0.070%이다.
- [0040] 산 가용성 Al은, 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판의 제조 방법에 있어서, N와 결합하여, (Al, Si)N로 하고 인히비터로서의 기능을 행하기 위해 필수인 원소이다. 산 가용성 Al 함유량은, 2차 재결정이 안정되는 0.010 내지 0.065%로 한다.
- [0041] 산 가용성 Al 함유량의 하한은, 바람직하게는 0.020%, 더욱 바람직하게는 0.025%이다. 산 가용성 Al 함유량의 상한은, 바람직하게는 0.040%, 더욱 바람직하게는 0.030%이다.
- [0042] N 함유량이 0.012%를 초과하면, 냉연 시, 강판 중에 블리스터라고 불리는 공공이 발생하므로, N 함유량은 0.012%를 초과하지 않도록 하는 것이 바람직하다. 또한, Al과 결합하여 인히비터로서의 기능을 행하기 위해서는, N 함유량을 0.004% 이상으로 할 필요가 있다. N 함유량의 하한은, 바람직하게는 0.006%, 더욱 바람직하게는

게는 0.007%이다. N 함유량의 상한은, 바람직하게는 0.010%, 더욱 바람직하게는 0.009%이다.

- [0044] Mn, S은, 열간 압연에 있어서의 균열의 발생을 방지하는 관점에서  $Mn/S \geq 4$ 로 되는 범위에서 함유시키는 것이 바람직하다. 한편, Mn 함유량을 많게 하면 포화 자속이 저하되어 버리므로, Mn 함유량은 1.00% 이하로 하는 것이 바람직하다. S 함유량은 바람직하게는 0.050% 이하이고, 보다 바람직하게는 0.015% 이하, 더욱 바람직하게는 0.010% 이하, 한층 바람직하게는 0.007% 이하의 범위이다.
- [0045] 또한, S은 그 일부를 Se으로 치환할 수 있다. 그 때문에, Se을 포함하는 경우, S+Se: 0.050% 이하인 것이 바람직하고,  $Mn/(S+Se) \geq 4$ 로 되는 범위인 것이 바람직하다.
- [0046] Mn과 S은, 2차 재결정의 인히비터로서 활용되는 경우가 있다. 이 경우, 2차 재결정이 안정되는 Mn 함유량은, 0.02 내지 0.30%의 범위이다. Mn 함유량의 하한은, 바람직하게는 0.05%이고, 더욱 바람직하게는 0.07%이다. Mn 함유량의 상한은, 바람직하게는 0.15%, 더욱 바람직하게는 0.10%이다. 또한, 이 경우, 바람직한 S 함유량은, 0.010 내지 0.050%의 범위이다. S의 함유량은, 바람직하게는 0.015% 이상, 더욱 바람직하게는 0.020% 이상이다. S의 함유량은, 보다 바람직하게는 0.040% 이하이다. 또한, S을 Se으로 치환할 수도 있다.
- [0047] 다구치·사카쿠라 등에 의한 제조법(예를 들어, 일본 특허 공고 소40-15644호 공보)에 있어서는, Mn과 S은 2차 재결정의 인히비터로서 활용한다.
- [0048] 한편, 고마즈 등에 의한 제조법(예를 들어, 일본 특허 공고 소62-45285호 공보)에 있어서는, Mn과 S은, 2차 재결정의 인히비터로서 사용하지 않는다.
- [0049] Cr은, 탈탄 어닐링에 있어서의 산화층 형성 거동에 영향을 끼쳐, 탈탄성을 개선함과 함께 그 후의 표면 평활화를 촉진하는 원소이다.
- [0050] Cr 함유량은, 탈탄성의 개선 효과가 얻어지는 0.02 내지 0.50%로 한다. 바람직하게는, Cr 함유량의 하한은 0.05%이고, 바람직하게는 Cr 함유량의 상한은 0.39%이다.
- [0051] 본 실시 형태에서는, 규소 강 소재의 성분으로서, 상기 성분에 더하여, 필요에 따라, 또한, Cu, Ni, P, Mo, Bi, B, V, Nb 및 Ti으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 또는 2종 이상을, 질량%로, Cu: 0 내지 0.4%, Ni: 0 내지 1.0%, P: 0 내지 0.5%, Mo: 0 내지 0.10%, Bi: 0 내지 0.010%, B: 0 내지 0.008%, V: 0 내지 0.15%, Nb: 0 내지 0.20%, Ti: 0 내지 0.015%의 범위에서 함유해도 된다.
- [0052] Cu: 0% 이상 0.4% 이하
- [0053] Cu(구리)는, 전기 저항을 높여 철손을 저감시키는 데 유효한 원소이다. 따라서, Cu를 0.4% 이하의 함유량의 범위에서 함유시켜도 된다. Cu 함유량이 0.4%를 초과하면, 철손 저감 효과가 포화되어 버림과 함께, 열간 압연 시에 "구리 벗겨짐"이라는 표면 상처의 원인으로 되는 경우가 있다. Cu 함유량의 하한은, 0.05%인 것이 바람직하고, 0.1%인 것이 보다 바람직하다. Cu 함유량의 상한은, 0.3%인 것이 바람직하고, 0.2%인 것이 보다 바람직하다.
- [0054] Ni: 0% 이상 1.0% 이하
- [0055] Ni(니켈)은, 전기 저항을 높여 철손을 저감시키는 데 유효한 원소이다. 또한, Ni은, 열연판의 금속 조직을 제어하여, 자기 특성을 높이는 데 유효한 원소이다. 따라서, Ni을 1.0% 이하의 함유량의 범위에서 함유시켜도 된다. Ni 함유량이 1.0%를 초과하면, 2차 재결정이 불안정해지는 경우가 있다. Ni 함유량의 하한은, 0.01%인 것이 바람직하고, 0.02%인 것이 보다 바람직하다. Ni 함유량의 상한은, 0.2%인 것이 바람직하고, 0.1%인 것이 보다 바람직하다.
- [0056] P: 0% 이상 0.5% 이하
- [0057] P(인)은, 전기 저항을 높여 철손을 저감시키는 데 유효한 원소이다. 따라서, P을 0.5% 이하의 함유량의 범위에서 함유시켜도 된다. P 함유량이 0.5%를 초과하면, 규소 강판의 압연성에 문제가 발생하는 경우가 있다. P 함유량의 하한은, 0.005%인 것이 바람직하고, 0.01%인 것이 보다 바람직하다. P 함유량의 상한은, 0.2%인 것이 바람직하고, 0.15%인 것이 보다 바람직하다.
- [0058] Mo: 0% 이상 0.10% 이하
- [0059] Mo(몰리브덴)도, 전기 저항을 높여 철손을 저감시키는 데 유효한 원소이다. 따라서, Mo을 0.10% 이하의 함유량의 범위에서 함유시켜도 된다. Mo 함유량이 0.10%를 초과하면, 강판의 압연성에 문제가 발생하는 경우가 있

다. Mo 함유량의 하한은, 0.005%인 것이 바람직하고, 0.01%인 것이 보다 바람직하다. Mo 함유량의 상한은, 0.08%인 것이 바람직하고, 0.05%인 것이 보다 바람직하다.

- [0060] Bi: 0% 이상 0.010% 이하
- [0061] Bi(비스무트)는, 황화물 등의 석출물을 안정화하여 인히비터로서의 기능을 강화하는 데 유효한 원소이다. 따라서, Bi를 0.010% 이하의 함유량의 범위에서 함유시켜도 된다. Bi 함유량이 0.010%를 초과하면, 자기 특성이 열화되는 경우가 있다. Bi 함유량의 하한은, 0.001%인 것이 바람직하고, 0.002%인 것이 보다 바람직하다. Bi 함유량의 상한은, 0.008%인 것이 바람직하고, 0.006%인 것이 보다 바람직하다.
- [0062] B: 0% 이상 0.008% 이하
- [0063] B(붕소)는, BN로서 인히비터 효과를 발휘하는 유효한 원소이다. 따라서, B를 0.008% 이하의 함유량의 범위에서 함유시켜도 된다. B 함유량이 0.008%를 초과하면, 자기 특성이 열화될 우려가 있다. B 함유량의 하한은, 0.0005%인 것이 바람직하고, 0.001%인 것이 보다 바람직하다. B 함유량의 상한은, 0.005%인 것이 바람직하고, 0.003%인 것이 보다 바람직하다.
- [0064] V: 0% 이상 0.15% 이하
- [0065] Nb: 0% 이상 0.20% 이하
- [0066] Ti: 0% 이상 0.015% 이하
- [0067] V(바나듐), Nb(니오븀) 및 Ti(티타늄)은, N나 C와 결합하여 인히비터로서 기능하는 유효한 원소이다. 따라서, V를 0.15% 이하, Nb를 0.2% 이하, 및/또는 Ti를 0.015% 이하의 함유량의 범위에서 함유시켜도 된다. 이들 원소가 최종 제품에 잔류하고, V 함유량이 0.15%를 초과하고, Nb 함유량이 0.20%를 초과하거나, 또는 Ti 함유량이 0.015%를 초과하면, 자기 특성이 열화될 우려가 있다.
- [0068] V 함유량의 하한은, 0.002%인 것이 바람직하고, 0.01%인 것이 보다 바람직하다. V 함유량의 상한은, 0.10%인 것이 바람직하고, 0.05%인 것이 보다 바람직하다.
- [0069] Nb 함유량의 하한은, 0.005%인 것이 바람직하고, 0.02%인 것이 보다 바람직하다. Nb 함유량의 상한은, 0.10%인 것이 바람직하고, 0.08%인 것이 보다 바람직하다.
- [0070] Ti 함유량의 하한은, 0.002%인 것이 바람직하고, 0.004%인 것이 보다 바람직하다. Ti 함유량의 상한은, 0.010%인 것이 바람직하고, 0.008%인 것이 보다 바람직하다.
- [0071] [방향성 전자 강판의 제조 방법]
- [0072] 상술한 화학 조성의 규소 강 소재로부터 {110} <001> 방위에 발달한 집합 조직을 갖는 방향성 전자 강판을 제조하기 위해서는, 다음과 같은 공정을 거친다.
- [0073] 먼저, 상술한 화학 성분을 갖는 용강을 주조하여(S100) 규소 강 소재를 얻고, 이 규소 강 소재를 통상의 열간 압연 공정(S102)에 의해 열연판으로 한다. 혹은, 열간 압연 공정(S102) 대신에, 용강을 연속 주조하여 박대로 해도 된다.
- [0074] 상기 열연판 또는 연속 주조 박대는 즉시, 혹은 열연판 어닐링 공정(S104)을 거쳐서, 냉간 압연 공정(S106)에 제공된다.
- [0075] 열연판 어닐링 공정(S104)에 있어서의 어닐링은, 750 내지 1200℃의 온도 영역에서 30초 내지 30분간 행해져도 된다.
- [0076] 열연판 어닐링 공정은 제품의 자기 특성을 높이기 위해 유효하다. 열연판 어닐링 공정의 유무는, 최종적으로 제조되는 방향성 전자 강판에 요구되는 특성 및 제조 비용에 따라 결정하면 되고, 열연판 어닐링 공정은 생략해도 된다.
- [0077] 냉간 압연 공정(S106)에 있어서의 냉간 압연은, 1회 혹은 어닐링을 사이에 두는 복수의 냉간 압연에 의해 행한다. 1회의 냉간 압연을 행하는 경우에는, 압하율을 80% 이상으로 하는 것이 바람직하다. 또한, 어닐링을 사이에 두는 복수의 냉간 압연을 행하는 경우, 최종의 어닐링 후의 최종의 냉간 압연의 압하율이 80% 이상으로 되는 것이 보다 바람직하다. 이 공정에 의해 얻어지는 냉연판은, 최종 판 두께의 강판이다.
- [0078] 냉간 압연 후의 재료는, 강 중에 포함되는 탄소를 제거하기 위해, 탈탄 어닐링 공정(S108)을 거친다.

[0079] 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강관의 제조 방법에서는, 탈탄 어닐링 공정(S108)에 있어서, 가열대와 균열대를 구비하는 탈탄 어닐링로를 사용하여, 습수소 분위기 중에서 탈탄 어닐링을 행한다. 탈탄 어닐링 공정(S108)의 분위기 가스를 철(Fe)계 산화물이 형성되지 않는 산화도로 제어하여 어닐링한다.

[0080] 탈탄 어닐링 공정(S108)에 있어서의 가열대의 분위기 가스의 산화도 P1은, 하기의 식 1을 만족시키도록 제어한다.

$$0.18X - 0.008 \leq P1 \leq 0.25X + 0.15 \leq 0.20$$

[0081] (식 1)

[0082] 식 1 중에서, X는 규소 강 소재의 Cr 함유량(질량%)을 나타내고, P1은 탈탄 어닐링 공정(S108)에 있어서의 가열대의 분위기 가스의 산화도를 나타낸다. 산화도 P1은, 수소, 질소 및 수증기를 함유하는 분위기 가스에 있어서의 수소 분압에 대한 수증기 분압의 비 「 $P_{H2O}/P_{H2}$ 」로 표현되는 산화도이다.

[0083] 탈탄 어닐링 공정(S108)에 있어서의 가열대의 분위기 가스의 산화도 P1을 상기한 식 1로 규정함으로써, 가열대에 있어서 강관 최표면에 Cr 산화물을 함유하는 형태의 초기 산화막이 형성되어, 탈탄이 바람직하게 진행된다고 생각된다. 철계 산화막은, 예를 들어 후공정에서 도포되는 알루미늄 등의 어닐링 분리제와 반응하여, 표면 평활화를 저해한다고 생각된다. 탈탄성은, 가열대에서 최초에 표면에 형성되는 초기 산화막에 율속되지만, Cr을 함유시킴으로써, Cr 산화물이 초기 산화막을 변질시켜, 탈탄성이 개선된다고 생각된다.

[0084] 탈탄 어닐링 공정(S108)에 있어서의 균열대의 분위기 가스의 산화도 P2는, 하기의 식 2를 만족시키도록 제어한다.

[0085]  $0.01 \leq P2 \leq 0.15$  (식 2)

[0086] 산화도 P2는, 수소, 질소 및 수증기를 함유하는 분위기 가스에 있어서의 수소 분압에 대한 수증기 분압의 비 「 $P_{H2O}/P_{H2}$ 」로 표현되는 산화도이다.

[0087] 후속의 공정에서 알루미늄을 주성분으로 하는 어닐링 분리제를 도포하여 강관을 적층하고, 마무리 어닐링 후의 강관 표면을 평활화시키기 위해서는, 이 탈탄 어닐링에 있어서, Fe계의 산화물( $Fe_2SiO_4$ , FeO 등)을 형성시키지 않는 산화도로 어닐링을 행하는 것이 바람직하다. 예를 들어, 통상 탈탄 어닐링이 행해지는 800 내지 850℃의 온도 영역에 있어서, 균열대의 분위기 가스의 산화도 P2( $P_{H2O}/P_{H2}$ )를 0.15 이하로 조정함으로써, Fe계 산화물의 생성을 억제할 수 있다.

[0088] 균열대의 분위기 가스의 산화도 P2가 0.15 초과인 경우, 제품의 표면 아래에 개재물이 생성되고, 이것이 철손 저하의 장애로 된다. 단, 산화도 P2를 너무 낮추면 탈탄 속도가 느려져 버린다. 이 양자를 감안하면, 이 온도역에 있어서는 균열대의 분위기 가스의 산화도 P2( $P_{H2O}/P_{H2}$ )는, 0.01 내지 0.15의 범위인 것이 바람직하다.

[0089] 탈탄 어닐링 공정에서는, 가열대의 분위기 가스의 산화도 P1은, 하기의 식 3을 만족시키는 것이 보다 바람직하다.

[0090]  $0.3X + 0.025 \leq P1 \leq 0.25X + 0.15 \leq 0.20$  (식 3)

[0091] 식 3 중에서, X는 규소 강 소재의 Cr 함유량(질량%)을 나타낸다.

[0092] 또한, 탈탄 어닐링 공정에서는, 더욱 양호한 철손이 얻어진다는 관점에서는, 가열대의 분위기 가스의 산화도 P1과 균열대의 분위기 가스의 산화도 P2가 하기의 식 4를 만족시키는 것이 보다 바람직하다.

[0093]  $P1 > P2$  (식 4)

[0094] 탈탄 공정에 있어서, 실온으로부터 균열대의 온도까지의 승온 속도(가열대의 승온 속도)는, 평균 7℃/초 이상이 바람직하고, 9℃/초 이상으로 하는 것이 보다 바람직하다. 승온 속도가 너무 느리면 탈탄성이 열화된다. 또한, 상한에 대하여 규정할 필요는 없지만, 너무 빠르면 균열 온도를 제어하는 것이 어려워진다.

[0095] 균열대의 온도 및 균열대에서의 유지 시간은, 750 내지 900℃에서, 10 내지 60초로 하는 것이 바람직하다. 균열대의 온도(어닐링 온도)가 750℃ 미만이면, 탈탄 속도가 느려져 생산성이 저하된다. 한편, 900℃ 초과이면, 1차 재결정 입경이 원하는 사이즈를 초과해 버리기 때문에, 마무리 어닐링 후의 자기 특성이 열화된다. 또한,

유지 시간이 10초 미만이면, 탈탄을 충분히 행할 수 없다. 한편, 600초 초과이면 생산성이 저하된다.

- [0096] 탈탄 어닐링 공정(S108) 전부터 마무리 어닐링 공정(S112)에 있어서의 2차 재결정이 개시될 때까지의 사이에, 질화 처리 공정(S110)을 포함하고 있어도 된다.
- [0097] 이 질화 처리의 방법은 특별히 한정되는 것은 아니고, 암모니아 등의 질화 능이 있는 분위기 가스 중에서 행하는 방법, 질화능이 있는 질화물을 어닐링 분리제에 첨가하는 방법 등이 있다.
- [0098] 예를 들어, 질화 처리 공정(S110)은, 고마즈 등에 의한 (Al, Si)N를 주인히비터로서 사용하는 제조법(일본 특허 공고 소62-45285호 공보) 등의 질화 처리가 바람직하게 사용된다.
- [0099] 마무리 어닐링 공정(S112)에서는, 강관에, 알루미늄을 주성분으로 하는 (알루미늄을 50질량% 이상 포함함) 어닐링 분리제를 도포한다. 어닐링 분리제에는, 알루미늄 외에, 마그네시아를 5 내지 50질량% 함유시키는 것이 바람직하다. 마그네시아를 함유시키면, 강관 표면의 멀라이트( $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ ) 등의 개재물 형성이 억제되어, 철 손이 안정적으로 향상된다.
- [0100] 마무리 어닐링 공정에서는, 산화층을 갖는 강관의 표면에, 상기한 알루미늄을 주성분으로 하는 어닐링 분리제를 도포하여 건조시키고, 건조 후, 코일 형상으로 권취하여, 마무리 어닐링(2차 재결정 어닐링)에 제공한다.
- [0101] 알루미늄을 주성분으로 하는 어닐링 분리제를 사용한 경우, 마무리 어닐링을 행하더라도, 강관 표면에 포르스테라이트 등의 무기 광물질의 피막이 생성되는 것을 억제할 수 있다.
- [0102] 어닐링 분리제의 도포에 대해서는, 탈탄 어닐링관을 적층(코일)할 때, 실리카와 반응하기 어려운 알루미늄을 주성분으로 하는 어닐링 분리제를 물 슬러리로, 혹은 정전 도포법 등에 의해 도포하는 것이 바람직하다.
- [0103] 이 적층한 탈탄 어닐링관을 마무리 어닐링하여, 2차 재결정과 질화물이나 황화물 등의 순화를 행한다. 2차 재결정을, 일정한 온도에서 유지하는 등의 수단에 의해 소정의 온도역에서 행하는 것은, 자속 밀도를 높이는 데 유효하다.
- [0104] 마무리 어닐링은, 예를 들어 수소 및 질소를 함유하는 분위기 가스 중에서, 1150 내지 1250℃까지 승온하고, 10 내지 30시간 어닐링하는 조건에서 행하면 되지만, 질화물이나 황화물 등의 순화 등을 행하는 경우, 2차 재결정 완료 후, 100% 수소 분위기 중에서 1100℃ 이상의 온도에서 어닐링하는 것이 바람직하다.
- [0105] 상기와 같은 마무리 어닐링 후, 표면이 경면 형상으로 되어, 철손을 크게 저하시킬 수 있다.
- [0106] 마무리 어닐링 공정(S112) 후, 절연 피막 형성 공정(S114)에 있어서, 강관의 표면에, 강관에 장력을 부여하는 절연 피막을 형성시킨다.
- [0107] 또한, 필요에 따라, 상술한 각 공정 사이에, 치형 등에 의한 기계적 방법, 예칭 등에 의한 화학적 방법, 레이저 조사나 전자선의 조사 등에 의해 자구 세분화 처리를 실시해도 된다.
- [0108] 이상과 같이, 냉간 압연 후의 재료의 강 중에 포함되는 탄소를 제거하기 위해, 습수소 분위기 중에서 탈탄 어닐링을 행하는 탈탄 어닐링 공정에 있어서, 분위기 가스를 철계 산화물이 형성되지 않는 산화도로 제어하여 어닐링하는 것이 본 발명의 실시 형태에 관한 방향성 전자 강관의 제조 방법의 주요한 특징이다.
- [0109] 또한, 상술한 실시 형태에 관한 방향성 전자 강관의 제조 방법에서는, 탈탄 어닐링 공정 전부터 마무리 어닐링의 2차 재결정 발현 전까지(예를 들어, 600 내지 1000℃의 온도 영역의 소정의 온도의 상태로), 질화 처리 공정을 더 포함해도 된다. 구체적으로는, 질화 처리 공정은, 탈탄 어닐링 공정 전에 독립적으로 실시하거나, 탈탄 어닐링 공정에 있어서 가열 단계, 균열 단계, 냉각 단계의 1단계 또는 복수의 단계에 의해 실시하거나, 탈탄 어닐링 공정 후에 독립적으로 실시하거나, 혹은 어닐링 분리제에 질소 화합물을 첨가하여 마무리 어닐링 공정의 2차 재결정 발현 전까지 실시해도 된다.
- [0110] 상술한 실시 형태의 제조 방법에 의해 얻어지는 방향성 전자 강관은, 주로 변압기 외의 전기 기기 등의 철심으로 사용될 수 있다.
- [0111] 실시예
- [0112] 이하, 본 발명의 실시예를 설명하지만, 실시예에서 채용한 조건은, 본 발명의 실시 가능성 및 효과를 확인하기 위한 실시 양태이고, 본 발명은, 이 실시 양태에 한정되는 것이 아닌 것은 자명하다.
- [0113] 본 발명자들은, 규소 강관의 표면에 있어서의 탈탄 거동에 대하여, 탈탄 어닐링 초기에 형성되는 산화층이 이후

의 탈탄 거동에 큰 영향을 끼치는 것이라고 생각하고, 이것에 관련된 다양한 실험을 행하였다.

[0114] <실시예 1>

[0115] 주조에 의해 얻어진 질량으로, Si: 3.3%, Mn: 0.14%, C: 0.05%, S: 0.007%, 산 가용성 Al: 0.027%, N: 0.008%를 함유하고, 잔부 Fe 및 불순물로 이루어지는 규소 강 슬래브를 가열 후, 판 두께 2.0mm까지 열간 압연했다. 이 열연판을 1100℃로 가열 후 900℃로 강온하여 30초 유지하는 어닐링을 실시한 후, 최종 판 두께가 0.22mm로 되도록 1회의 냉간 압연을 행하였다.

[0116] 이 냉연판을, 수소 75% 및 질소 25%를 함유하는 분위기 가스 중에 있어서, 노점을 변경함으로써 산화도 ( $P_{H2O}/P_{H2}$ )를 바꾸고, 가열 속도 7℃/초로 온도 830℃까지 승온하여 120초 유지하는 탈탄 어닐링을 행하였다. 실시예 1에서는, 가열대의 산화도와 균열대의 산화도는 동등하다.

[0117] 그 후, 암모니아 가스 중에서 강 중 질소량을 0.02질량%까지 높여(질화 처리), 인히비터를 강화했다.

[0118] 이 탈탄 어닐링판에, 알루미늄을 주성분으로 하는 어닐링 분리제(알루미늄 80질량%+마그네시아 20질량%)를 물 슬러리상으로 도포한 후, 수소 75% 및 질소 25%를 함유하는 분위기 가스 중에서 1200℃까지 승온하고, 수소 100% 분위기 가스 중으로 전환한 후, 1200℃에서 20시간 어닐링하는 마무리 어닐링을 실시했다.

[0119] 이상의 공정에 의해 제작된 시료에 대하여, 수세, 시료 진단 후, 다시 응력 제거 어닐링을 행하고, 다시 강판에 장력을 부여하는 절연 피막을 형성한(장력 코팅을 실시한) 후, 레이저 조사를 행하고, SST법으로 자기 측정을 행하였다. 탈탄 어닐링 후의 탄소량 및 상기 자기 측정에 의해 얻어진 철손( $W_{17/50}$ )의 값을 표 1에 나타낸다.

표 1

시료 No	탈탄 어닐링 산화도	탄탈판 탄소량 (ppm)	탄소량 평가	철손 ( $W_{17/50}$ ) (W/kg)	철손 평가	종합 평가
1	0. 01	66	B	0. 63	Ex	B
2	0. 04	57	B	0. 64	Ex	B
3	0. 06	45	B	0. 66	Ex	B
4	0. 11	38	B	0. 67	Ex	B
5	0. 15	31	B	0. 67	Ex	B
6	0. 20	19	Ex	0. 74	B	G
7	0. 25	7	Ex	0. 81	B	G

[0120]

[0121] 표 1에 있어서, 「Ex」는 양호한 결과인 것을 의미하고, 「G」는 허용 가능한 범위인 것을 의미하고, 「B」는 바람직하지 않은 결과인 것을 의미한다.

[0122] 표 1로부터, 산화도가 0.01 내지 0.15인 습윤 가스(수증기-수소-질소 혼합 가스) 분위기 중에서 어닐링한 경우는, 강판 표면이 평활화되어 있고, 또한 탄소량도 0.02% 이하로 저감되어 있으므로 마무리 어닐링 중에 변태되어 결정 방위가 손상되는 일도 없어, 0.70W/kg 이하인 양호한 철손이 얻어지고 있다.

[0123] 그러나, 강 중 탄소량이 0.0030%(30ppm) 초과로 되어 있기 때문에, 자기 시효(경시 변화에 수반하는 자기 특성의 열화)의 우려가 있다.

[0124] 또한, 산화도가 0.20 이상인 습윤 가스 분위기 하에서 어닐링한 경우는, 강 중 탄소량은 0.0030% 이하로 되지만, 양호한 철손은 얻어지고 있지 않다.

[0125] 탄소량이 0.0030% 이하로 저감되지 않는 원인은, 탈탄 어닐링의 가열 과정에서 강판 표면에 형성되는 산화물의 질과 형태에 의존하는 것이라고 생각된다. 탈탄 어닐링의 표면에 있어서는, 일반적으로 탈탄(강 중 탄소의 산화) 반응과 실리카 등의 산화물 형성(강 중 실리콘의 산화) 반응이, 분위기의 수분에 대하여 경합하여 행해지고 있다.

[0126] 실시예 1의 결과로부터, 철계 산화물이 형성되지 않는 저산화도 분위기 가스 중에서 어닐링하면, 일반적으로 강판 표면의 실리카는 조밀한 막 형상으로 생성되어, 탈탄을 저해하는 것이라고 생각된다.

[0127] <실시예 2>

- [0128] 또한, 다른 산화물 형성 원소에 대하여 검토를 행하여, Cr을 적량 함유시킴으로써, 강판 표면에 Cr 산화물을 형성시켜, 실리카 형성 반응을 억제함으로써 탈탄 반응을 촉진시키는 것을 검토했다. 그 결과를 실시예 2로 하여 이하에 설명한다.
- [0129] 주조에 의해 얻어진 질량으로, Si: 3.3%, Mn: 0.14%, C: 0.05%, S: 0.007%, 산 가용성 Al: 0.027%, N: 0.008%, Cr: 0.12%를 함유하고, 잔부 Fe 및 불순물로 이루어지는 규소 강 슬래브를 가열 후, 판 두께 2.0mm까지 열간 압연했다. 이 열연판을 1100℃로 가열 후 900℃로 강온하여 30초 유지하는 어닐링을 실시한 후, 최종 판 두께가 0.22mm로 되도록 1회의 냉간 압연을 행하였다.
- [0130] 이 냉연판을, 수소 75% 및 질소 25%를 함유하는 분위기 가스 중에 있어서, 노점을 변경함으로써 산화도 ( $P_{H2O}/P_{H2}$ )를 바꾸고, 가열 속도 7℃/초로 온도 830℃까지 승온하여 120초 유지하는 탈탄 어닐링을 행하였다. 실시예 2에서는, 가열대의 산화도와 균열대의 산화도는 동등하다.
- [0131] 그 후, 암모니아 가스 중에서 강 중 질소량을 0.02질량%까지 높여, 인히비터를 강화했다.
- [0132] 이 탈탄 어닐링판에, 알루미늄을 주성분으로 하는 어닐링 분리제(알루미늄 50질량%+마그네시아 50질량%)를 물 슬러리상으로 도포한 후, 수소 75% 및 질소 25%를 함유하는 분위기 가스 중에서 1200℃까지 승온하고, 그 후, 수소 100% 분위기로 전환하여 1200℃에서 20시간 어닐링하는 마무리 어닐링을 실시했다. 이상의 공정에 의해 제작된 시료에 대하여, 수세, 시료 전단 후, 다시 응력 제거 어닐링을 행하고, 다시 강판에 장력을 부여하는 절연 피막을 형성한(장력 코팅을 실시한) 후, 레이저 조사를 행하고, SST법으로 자기 측정을 행하였다. 탈탄 어닐링 후의 탄소량 및 상기 자기 측정에 의해 얻어진 철손( $W_{17/50}$ )의 값을 표 2에 나타낸다.

표 2

시료 No	탈탄 어닐링 산화도	탄탈판 탄소량 (ppm)	탄소량 평가	철손 ( $W_{17/50}$ ) (W/kg)	철손 평가	종합 평가
1	0.01	29	Ex	0.63	Ex	Ex
2	0.04	15	Ex	0.64	Ex	Ex
3	0.06	13	Ex	0.64	Ex	Ex
4	0.11	4	Ex	0.63	Ex	Ex
5	0.15	2	Ex	0.64	Ex	Ex
6	0.20	2	Ex	0.75	B	G
7	0.25	2	Ex	0.79	B	G

- [0133]
- [0134] 표 2에 있어서, 「Ex」는 양호한 결과인 것을 의미하고, 「G」는 허용 가능한 범위인 것을 의미하고, 「B」는 바람직하지 않은 결과인 것을 의미한다.
- [0135] 표 2로부터, 규소 강 소재에 Cr을 적량 함유시킴으로써, 산화도가 0.01 내지 0.15인 습윤 가스(수증기-수소-질소 혼합 가스) 분위기 중에서 어닐링한 경우는, 양호한 철손이 얻어짐과 함께, 강 중 탄소량이 0.0030%(30ppm) 이하로 되는 것을 알 수 있다.
- [0136] <실시예 3>
- [0137] 실시예 2에 있어서, 함유시킨 Cr은 탈탄 어닐링의 가열 과정에서 산화물을 형성하여, 탈탄 반응을 저해하는 실리카 형성을 억제하고 있는 것이 아닌가 추정되었다. 그래서, 가열대에 있어서의 분위기 가스의 산화도( $P_1 = P_{H2O}/P_{H2}$ )와 Cr 함유량의 관계를 검토했다.
- [0138] 주조에 의해 얻어진 질량으로, Si: 3.3%, Mn: 0.14%, C: 0.05%, S: 0.007%, 산 가용성 Al: 0.027%, N: 0.008%, Cr: 0 내지 0.62%를 함유하고, 잔부 Fe 및 불순물로 이루어지는 규소 강 슬래브를 가열 후, 판 두께 2.0mm까지 열간 압연했다. 이 열연판을 1100℃로 가열 후 900℃로 강온하여 30초 유지하는 어닐링을 실시한 후, 최종 판 두께가 0.22mm로 되도록 1회의 냉간 압연을 행하였다.
- [0139] 이 냉연판을, 수소 75% 및 질소 25%를 함유하는 분위기 가스 중에 있어서, 가열대의 노점을 변경함으로써 산화도( $P_1 = P_{H2O}/P_{H2}$ )를 바꾸고, 가열 속도 7℃/초로 온도 830℃까지 승온했다. 분위기 가스 산화도( $P_2$ )를 0.06로 하고, 830℃에서 120초로 유지하는 탈탄 어닐링을 행하였다.

- [0140] 그 후, 암모니아 가스 중에서 강 중 질소량을 0.02질량%까지 높여, 인히비터를 강화했다.
- [0141] 이 탈탄 어닐링관에, 알루미늄을 주성분으로 하는 어닐링 분리제(알루미나 70질량%+마그네시아 30질량%)를 물 슬러리상으로 도포한 후, 수소 75% 및 질소 25%를 함유하는 분위기 가스 중에서 1200℃까지 승온하고, 그 후, 수소 100% 분위기 가스로 전환하여 1200℃에서 20시간 어닐링하는 마무리 어닐링을 실시했다.
- [0142] 이상의 공정에 의해 제작된 시료에 대하여, 수세, 시료 전단 후, 다시 응력 제거 어닐링을 행하고, 다시 절연 피막을 형성한(장력 코팅을 실시한) 후, 레이저 조사를 행하고, SST법으로 자기 측정을 행하였다.
- [0143] 탈탄 어닐링 후의 탄소량이 0.0030% 이하 및 철손( $W_{17/50}$ )이 0.70(W/kg) 이하인 양호한 범위를, 도 2의 그래프에 점선으로 둘러싸인 영역으로서 나타낸다. 도 2는, 탈탄 어닐링 후의 탄소량과 제품의 철손에 끼치는, Cr 함유량 X(질량%)와 탈탄 어닐링의 가열대의 분위기 가스 산화도 P1의 관계성을 도시하는 도면이다.
- [0144] 도 2에 있어서, 「○」의 플롯은, 탄소량이 0.0030% 이하, 또한 철손( $W_{17/50}$ )이 0.65(W/kg) 이하인 양호한 실험예, 「□」의 플롯은, 탄소량이 0.0030% 이하, 또한 철손( $W_{17/50}$ )이 0.67(W/kg) 이하인 양호한 실험예, 「◇」의 플롯은, 탄소량이 0.0030% 이하, 또한 철손( $W_{17/50}$ )이 0.70 이하인 양호한 실험예를 나타낸다.
- [0145] 도 2에 있어서, 「×」의 플롯은, 탄소량이 0.0030% 초과, 혹은 철손( $W_{17/50}$ )이 0.70(W/kg) 초과인 실험예를 나타낸다.
- [0146] 도 2로부터, 탈탄 어닐링의 가열대의 분위기 가스의 산화도  $P1(=P_{H20}/P_{H2})$ 과 Cr 함유량 X의 관계에 따른 하기의 식 1의 범위에서, 탈탄 어닐링 후의 탄소량이 0.0030% 이하, 또한 철손( $W_{17/50}$ )이 0.70(W/kg) 이하인 양호한 특성이 얻어지는 것을 알 수 있다.
- $$0.18X - 0.008 \leq P1 \leq 0.25X + 0.15 \leq 0.20$$
- [0147] (식 1)
- [0148] 또한 도 2로부터, 탈탄 어닐링의 가열대의 분위기 가스의 산화도  $P1(=P_{H20}/P_{H2})$ 과 Cr 함유량 X의 관계에 따른 하기의 식 3의 범위에서, 탈탄 어닐링 후의 탄소량이 0.0030% 이하, 또한 철손( $W_{17/50}$ )이 0.67(W/kg) 이하인 양호한 특성으로 되는 것을 알 수 있다. 도 2에서는, 이 범위를 실선으로 둘러싸인 영역으로서 나타낸다.
- $$0.3X + 0.025 \leq P1 \leq 0.25X + 0.15 \leq 0.20 \quad (\text{식 3})$$
- [0149] <실시예 4>
- [0150] 또한, 냉간 압연 공정의 특성에 대한 영향에 대하여 검토했다. 그 결과를 이하에 설명한다.
- [0152] 주조에 의해 얻어진 질량으로, Si: 3.3%, Mn: 0.1%, C: 0.06%, S: 0.007%, 산 가용성 Al: 0.028%, N: 0.008%, Cr: 0.11%를 함유하고, 잔부 Fe 및 불순물로 이루어지는 규소 강 슬래브를 가열 후, 판 두께 2.6mm까지 열간 압연했다. 일부의 열연관에 대해서는 1100℃에서 어닐링(열연관 어닐링)한 후, 판 두께 2.0mm까지 냉간 압연하고, 1120℃까지 가열 후 950℃로 강온하여 30초 유지하는 어닐링(중간 어닐링)을 행한 후, 다시 최종 판 두께가 0.22mm로 되도록 냉간 압연했다(공정 A). 나머지의 열연관에 대해서는, 열연관 어닐링을 행하지 않고 판 두께 2.0mm까지 냉간 압연하고, 1120℃까지 가열 후 950℃로 강온하여 30초 유지하는 어닐링(중간 어닐링)을 행한 후, 최종 판 두께가 0.22mm로 되도록 냉간 압연했다(공정 B). 최종 어닐링 후의 냉간 압연율은, 어떤 경우든 89%였다.
- [0153] 이 냉연관을, 수소 75% 및 질소 25%를 함유하는 분위기 가스 중에 있어서, 0.06의 산화도( $P_{H20}/P_{H2}$ )로, 가열 속도 30℃/초로 온도 830℃까지 승온하여 120초 유지하는 탈탄 어닐링을 행하였다. 실시예 4에서는, 가열대의 산화도와 균열대의 산화도는 동등하다.
- [0154] 그 후, 암모니아 가스 중에서 강 중 질소량을 0.025질량%까지 높여, 인히비터를 강화했다.
- [0155] 이 탈탄 어닐링관에, 알루미늄을 주성분으로 하는 어닐링 분리제(알루미나 90질량%+마그네시아 10질량%)를 물 슬러리상으로 도포한 후, 수소 75% 및 질소 25%를 함유하는 분위기 가스 중에서 1200℃까지 승온하고, 그 후, 수소 100% 분위기 가스로 전환하여 1200℃에서 20시간 어닐링하는 마무리 어닐링을 실시했다.

[0156] 이상의 공정에 의해 제작된 시료에 대하여, 수세, 시료 진단 후, 다시 응력 제거 어닐링을 행하고, 다시 강관에 장력을 부여하는 절연 피막을 형성한(장력 코팅을 실시한) 후, 레이저 조사를 행하고, SST법으로 자기 측정을 행하였다.

[0157] 탈탄 어닐링 후의 탄소량 및 상기 자기 측정에 의해 얻어진 철손( $W_{17/50}$ )의 값을 표 3에 나타낸다.

표 3

공정	탄탈판 탄소량 (ppm)	탄소량 평가 (ppm)	철손 ( $W_{17/50}$ ) (W/kg)	철손 평가	종합 평가
A	10	Ex	0.64	Ex	Ex
B	8	Ex	0.63	Ex	Ex

[0158]

[0159] 표 3에 있어서, 「Ex」는 양호한 결과인 것을 의미한다.

[0160] 표 3에 나타낸 바와 같이, 어떤 공정을 거친 경우든, 탈탄 후의 강 중 탄소량이 0.0030% (30ppm) 이하로 됨과 함께, 양호한 철손이 얻어졌다.

[0161] <실시예 5>

[0162] 또한, 규소 강 슬래브의 성분의 특성에 대한 영향에 대하여 검토했다. 그 결과를 실시예 5로 하여 이하에 설명한다.

[0163] 구조에 의해 얻어진, 표 4에 나타내는 성분을 함유하고, 잔부 Fe 및 불순물로 이루어지는 규소 강 슬래브를 가열 후, 판 두께 2.3mm까지 열간 압연했다. 이 열연판을 1120℃까지 가열 후 950℃까지 강온하여 30초 유지하는 어닐링을 실시한 후, 최종 판 두께가 0.22mm로 되도록 1회의 냉간 압연을 행하였다.

[0164] 이 냉연판을, 수소 75% 및 질소 25%를 함유하는 분위기 가스 중에 있어서, 0.10의 산화도( $P_{H2O}/P_{H2}$ )로, 가열 속도 30℃/초로 온도 830℃까지 승온한 후, 0.06의 산화도( $P_{H2O}/P_{H2}$ )로 전환하여 120초 유지하는 탈탄 어닐링을 행하였다.

[0165] 그 후, 암모니아 가스 중에서 강 중 질소량을 0.025질량%까지 높여, 인히비터를 강화했다.

[0166] 이 탈탄 어닐링판에, 알루미늄을 주성분으로 하는 어닐링 분리제(알루미나 60질량% + 마그네시아 40질량%)를 물 슬러리상으로 도포한 후, 수소 75% 및 질소 25%를 함유하는 분위기 가스 중에서 1200℃까지 승온하고, 그 후, 수소 100% 분위기로 전환하여 1200℃에서 20시간 어닐링하는 마무리 어닐링을 실시했다.

[0167] 이상의 공정에 의해 제작된 시료에 대하여, 수세, 시료 진단 후, 다시 응력 제거 어닐링을 행하고, 다시 강관에 장력을 부여하는 절연 피막을 형성한(장력 코팅을 실시한) 후, 레이저 조사를 행하고, SST법으로 자기 측정을 행하였다.

[0168] 탈탄 어닐링 후의 탄소량 및 상기 자기 측정에 의해 얻어진 철손( $W_{17/50}$ )의 값을 표 4에 나타낸다.

표 4

시료 No	단위 질량%: 잔부 Fe 및 불순물											탄탈량 (ppm)	탄소량 평가	철손 (Wt/50) (Wt/kg)	철손 평가	총합 평가					
	Si	Mn	C	S	산가용성 Al	N	Cr	Cu	P	Ni	B						V	Nb	Mo	Ti	Bi
1	3.20	0.10	0.05	0.006	0.027	0.008	0.12	-	-	-	-	-	-	-	-	-	9	Ex	0.65	Ex	Ex
2	2.70	0.12	0.05	0.005	0.028	0.008	0.10	-	-	-	-	-	-	-	-	-	7	Ex	0.68	Ex	Ex
3	3.80	0.12	0.06	0.005	0.028	0.008	0.10	-	-	-	-	-	-	-	-	-	19	Ex	0.62	Ex	Ex
4	3.20	0.14	0.05	0.007	0.027	0.007	0.12	-	-	-	-	-	-	-	-	-	9	Ex	0.65	Ex	Ex
5	3.20	0.45	0.05	0.007	0.027	0.007	0.12	-	-	-	-	-	-	-	-	-	8	Ex	0.66	Ex	Ex
6	3.30	0.11	0.04	0.006	0.026	0.008	0.09	-	-	-	-	-	-	-	-	-	9	Ex	0.67	Ex	Ex
7	3.20	0.11	0.07	0.006	0.026	0.008	0.09	-	-	-	-	-	-	-	-	-	19	Ex	0.68	Ex	Ex
8	3.30	0.13	0.06	0.004	0.027	0.007	0.12	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10	Ex	0.67	Ex	Ex
9	3.20	0.13	0.05	0.015	0.027	0.007	0.12	-	-	-	-	-	-	-	-	-	9	Ex	0.69	Ex	Ex
10	3.30	0.10	0.06	0.005	0.025	0.008	0.13	-	-	-	-	-	-	-	-	-	9	Ex	0.66	Ex	Ex
11	3.30	0.10	0.06	0.005	0.035	0.008	0.13	-	-	-	-	-	-	-	-	-	9	Ex	0.63	Ex	Ex
12	3.20	0.11	0.05	0.006	0.027	0.004	0.12	-	-	-	-	-	-	-	-	-	9	Ex	0.68	Ex	Ex
13	3.20	0.11	0.05	0.006	0.027	0.010	0.12	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10	Ex	0.64	Ex	Ex
14	3.30	0.12	0.06	0.005	0.029	0.008	0.10	0.2	-	-	-	-	-	-	-	-	9	Ex	0.63	Ex	Ex
15	3.20	0.11	0.05	0.006	0.027	0.008	0.11	-	0.2	-	-	-	-	-	-	-	10	Ex	0.64	Ex	Ex
16	3.20	0.14	0.06	0.006	0.026	0.008	0.12	-	0.3	-	-	-	-	-	-	-	11	Ex	0.65	Ex	Ex
17	3.30	0.11	0.05	0.005	0.027	0.008	0.11	-	-	0.003	-	-	-	-	-	-	10	Ex	0.63	Ex	Ex
18	3.20	0.10	0.05	0.006	0.025	0.009	0.12	-	-	-	0.07	-	-	-	-	-	11	Ex	0.64	Ex	Ex
19	3.30	0.11	0.06	0.006	0.026	0.009	0.13	-	-	-	0.05	-	-	-	-	-	13	Ex	0.64	Ex	Ex
20	3.30	0.11	0.05	0.006	0.027	0.008	0.11	-	-	-	-	0.05	-	-	-	-	9	Ex	0.65	Ex	Ex
21	3.20	0.14	0.06	0.008	0.027	0.007	0.12	-	-	-	-	-	0.005	-	-	-	9	Ex	0.66	Ex	Ex
22	3.20	0.10	0.05	0.006	0.028	0.008	0.12	-	-	-	-	-	-	-	-	0.005	10	Ex	0.63	Ex	Ex

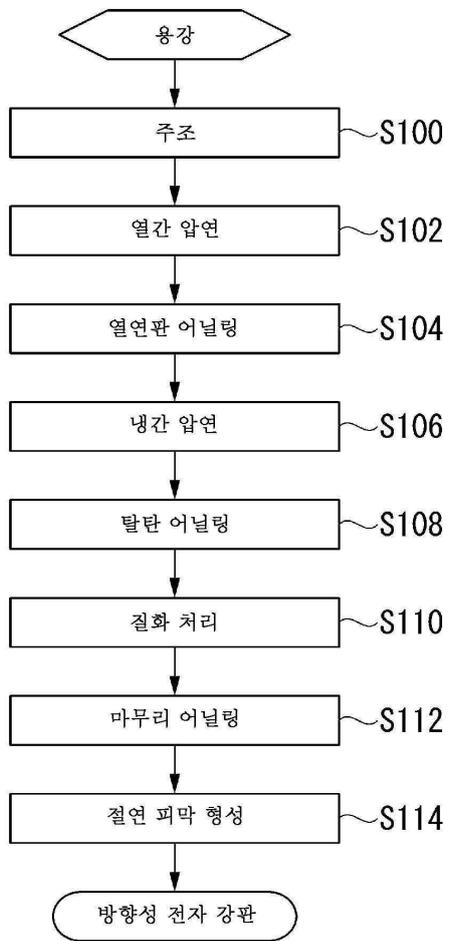
[0169]

[0170] 표 4에 나타난 바와 같이, 어떤 조성의 규소 강 슬래브를 사용한 경우라도, 탈탄 후의 강 중 탄소량이 0.0030% (30ppm) 이하로 된과 함께, 양호한 철손이 얻어졌다.

[0171] 이상의 결과로부터, 냉간 압연 후의 재료의 강 중에 포함되는 탄소를 제거하기 위해, 습수소 분위기 중에서 탈탄 어닐링을 행하는 탈탄 어닐링 공정에 있어서, Cr을 적량 함유시킴과 함께, 탈탄 어닐링 공정의 가열대의 분위기 가스의 산화도 P1, 또한, 균열대의 분위기 가스의 산화도 P2를 철계 산화물이 형성되지 않는 산화도로 제어함으로써, 탈탄 반응을 안정적으로 행하게 함과 함께 강판 표면의 평활화를 촉진하여 양호한 철손 특성의 제품을 제조하는 것이 가능하게 되는 것을 알 수 있었다.

도면

도면1



도면2

