

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6628082号
(P6628082)

(45) 発行日 令和2年1月8日(2020.1.8)

(24) 登録日 令和1年12月13日(2019.12.13)

(51) Int. Cl.	F 1		
B 2 1 B 1/22 (2006.01)	B 2 1 B	1/22	L
C 2 2 C 38/10 (2006.01)	C 2 2 C	38/10	
C 2 2 C 38/00 (2006.01)	C 2 2 C	38/00	3 O 2 R
C 2 1 D 9/46 (2006.01)	C 2 1 D	9/46	P
B 2 1 B 3/02 (2006.01)	B 2 1 B	3/02	
請求項の数 2 (全 8 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号	特願2015-192679 (P2015-192679)	(73) 特許権者	000005083 日立金属株式会社 東京都港区港南一丁目2番70号
(22) 出願日	平成27年9月30日(2015.9.30)	(72) 発明者	安田 信隆 島根県安来市安来町2107番地2 日立金属株式会社 安来工場内
(65) 公開番号	特開2016-135505 (P2016-135505A)	(72) 発明者	岡本 拓也 島根県安来市安来町2107番地2 日立金属株式会社 安来工場内
(43) 公開日	平成28年7月28日(2016.7.28)	(72) 発明者	堀 郁夫 島根県安来市安来町2107番地2 日立金属株式会社 安来工場内
審査請求日	平成30年8月10日(2018.8.10)	審査官	藤長 千香子
(31) 優先権主張番号	特願2015-8503 (P2015-8503)		
(32) 優先日	平成27年1月20日(2015.1.20)		
(33) 優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 Fe-Ni系合金薄板の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

質量%でNi + Co : 35.0 ~ 43.0% (但し、Coは0 ~ 6.0%)、Si : 0.5%以下、Mn : 1.0%以下、残部はFe及び不純物からなる冷間圧延用素材に冷間圧延と連続焼鈍とを1回以上行う冷間圧延工程を含み、前記冷間圧延工程における最終の冷間仕上圧延を、圧延ロール粗さ Ra = 0.15 ~ 1.0 μm、圧延速度 0.5 ~ 6.5 m/s、圧延油動粘度 8 ~ 40 mm²/s、圧延油吐出量 1 ~ 35 L/sの条件で行い、厚さ 0.25 mm以下で、表面粗さが、Ra = 0.15 ~ 0.5 μmである Fe-Ni系合金薄板を得ることを特徴とするFe-Ni系合金薄板の製造方法。

【請求項2】

前記最終の冷間仕上圧延を行った後、前記Fe-Ni系合金薄板を洗浄することを特徴とする請求項1に記載のFe-Ni系合金薄板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、例えば、リードフレームやメタルマスク等に使用されるFe-Ni系合金薄板の製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

リードフレームやメタルマスク等に使用されるFe-Ni系合金薄板は、例えば、樹脂

などと貼りあわされて使用される用途がある。このような樹脂などとの密着性を高める方法としては、例えば、特開昭60-111447号公報(特許文献1)では、Fe-Ni系合金薄板を直接研磨したり、酸洗いによって所望の粗さとしている。また、特開平10-270629号公報では、圧延ロールをダルロールとしたり、最終圧延後のFe-Ni系合金薄板を酸洗いを行うことにより所望の粗さとする発明が有る。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献1】特開昭60-111447号公報

【特許文献2】特開平10-270629号公報

10

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

前述の特許文献1や2で示される発明のうち、冷間圧延後のFe-Ni系合金薄板を酸洗いすると、圧延時に導入された応力のバランスが崩れて材料の反りなどの変形を生じる可能性がある。また、直接研磨する方法は、研磨時の砥粒がFe-Ni系合金薄板表面に残留するおそれがある。また、ダルロールを用いる方法においても、圧延条件によっては、所望の表面粗さを得られない可能性がある。

近年Fe-Ni系合金薄板は、アプリケーションの小型、薄型、高精細化に伴い、エッチング加工、プレス加工、レーザー加工等を施し、ドライフィルムやメッキは元より、封止ガラス、硬化樹脂等様々な部材と接合して使用されることから、酸化防止や接合強度向上のために密着性向上が望まれている。

20

本発明の目的は、厚さが0.25mm以下の薄いFe-Ni系合金薄板において、多様化する他部材との密着性を向上させることが可能なFe-Ni系合金薄板の製造方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明は上述した課題に鑑みてなされたものである。

すなわち本発明は、質量%でNi+Co:35.0~43.0%(但し、Coは0~6.0%)、Si:0.5%以下、Mn:1.0%以下、残部はFe及び不純物からなる冷間圧延用素材に冷間圧延と連続焼鈍とを1回以上行う冷間圧延工程と、を含み、前記冷間圧延工程における最終の冷間仕上圧延を、圧延ロール粗さ $Ra=0.15\sim 1.0\mu m$ 、圧延速度 $6.5m/s$ 以下、圧延油動粘度 $8mm^2/s$ 以上、圧延油吐出量 $35L/s$ 以下の条件で行い、厚さ0.25mm以下のFe-Ni系合金薄板を得るFe-Ni系合金薄板の製造方法である。

30

好ましくは、前記最終の冷間仕上圧延を行った後、前記Fe-Ni系合金薄板を洗浄する。

更に好ましくは、前記Fe-Ni系合金薄板の表面粗さが、 $Ra=0.15\sim 0.5\mu m$ である。

【発明の効果】

40

【0006】

本発明によれば、厚さが0.25mm以下の薄いFe-Ni系合金薄板において、密着性を向上させることが可能であるから、Fe-Ni系合金薄板と密着する相手材との密着不良を防止することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【0007】

【図1】最終の冷間仕上圧延に用いる仕上圧延ロール粗さと圧延後のFe-Ni系合金薄板の表面粗さの相関を示す図である。

【図2】簡易密着性評価試験の試験片を示す図である。

【発明を実施するための形態】

50

【0008】

以下に本発明を詳しく説明する。

< Fe - Ni系合金の組成 >

先ず、本発明で規定する化学組成について説明する。本発明で規定する組成を有する Fe - Ni系合金は、所望の熱膨張係数を得るために必要な組成を有するものである。なお、組成は質量%である。

[Ni + Co : 35.0 ~ 43.0% (但し、Coは0 ~ 6.0%)]

Ni及びCoは、所望の熱膨張係数を得るために必要な元素である。Ni + Co含有量が35.0%未満ではオーステナイト組織が不安定となりやすく、一方43.0%を越えると熱膨張率が上昇し、低熱膨張特性を満足しないことから、Ni + Coの含有量は35.0 ~ 43.0%とする。なお、Coは必ずしも添加の必要はないが、6.0%までの範囲でNiの一部をCoで置換することができる。

[Si : 0.5%以下、Mn : 1.0%以下]

Si、Mnは通常Fe - Ni系合金では、脱酸を目的に微量含有されているが、過剰に添加すれば偏析を起こし易くなるため、Siは0.5%以下とし、Mnは1.0%以下とする。なお、SiとMnの下限は特に限定しないが、前述のように脱酸元素として添加されることから、Siは0.05%程度、Mnは0.05%程度は残留する。

[残部はFe及び不純物]

上記の元素以外は実質的にFeであれば良いが、製造上不可避免的に含有する不純物は含まれる。特に制限の必要な不純物元素にはCがあり、例えば、エッチングを行う用途に使用するのであれば、その上限を0.05%とすると良い。

また、プレス打抜き性を向上させる場合はS等の快削性元素を0.020%以下で含有させても良い。熱間加工性を向上させるようなB等の元素は0.0050%以下で含有させても良い。

【0009】

< 冷間圧延用素材 >

本発明では、熱間圧延を経て、冷間圧延用素材を準備する。熱間圧延材には酸化層が形成されていることから、その酸化層を、例えば、機械的、或いは化学的に除去して冷間圧延用素材とする。また、冷間圧延中の冷間圧延材のエッジから割れ等の不良が発生しないように、エッジを整えて冷間圧延用素材とする。なお、冷間圧延用素材の厚さは2.0 ~ 5.0 mm程度とすると良い。

そして、前述の冷間圧延用素材に冷間圧延と連続焼鈍を1回以上行い、所望の板厚とし、最終の冷間仕上圧延を実施する。最終の冷間仕上圧延前の圧延率は50 ~ 85%とし、連続焼鈍は850 ~ 1000 の加熱炉中を10 ~ 60 secで通板するようにすれば良い。そして、最終の冷間仕上圧延を行う前の段階で硬さを120 ~ 150 HVとして最終の冷間仕上圧延を行うことが好ましい。

【0010】

次に、最終の冷間仕上圧延条件について詳しく説明する。

本発明では、最終の冷間仕上圧延でFe - Ni系合金薄板の厚さを0.25 mm以下とする。0.25 mm以下とするのは、例えば、リードフレームやメタルマスク用途に求められる厚さであるからである。なお、好ましい板厚は0.15 mm以下である。

< 圧延ロール粗さ >

本発明で重要な点の1つは、最終の冷間仕上圧延で使用する圧延ロール粗さをRa = 0.15 ~ 1.0 μmとすることである。尚、圧延ロール粗さとは、圧延に用いるロールの表面の粗さのことである。圧延加工によって製造されるFe - Ni系合金薄板の表面粗さは、主として圧延で使用するロールの表面粗さが転写することにより、その表面粗さが決定される。このことから、圧延ロール自体の表面粗さが低いと、圧延加工によって得られるFe - Ni系合金薄板の表面粗さを高くすることが非常に困難になる。そのため、圧延ロール粗さの下限をRa = 0.15 μmとする。好ましい圧延ロール粗さの下限は0.20 μmである。

また、圧延ロール粗さの値をより高くすることで、得られるFe-Ni系合金薄板の表面粗さの値も高くなる。しかしながら、過度に表面粗さの値の高いロールを使用したとしても、圧延中にロール表面に加わる荷重等によりロールは磨滅し、高い値の粗さを得ることは難しい。むしろ、摩擦抵抗が大きくなり、加工によって生成される摩耗粉の増大を招き、Fe-Ni系合金薄板の表面清浄度が悪化し、かえって密着性を阻害する要因になる可能性がある。そのため、圧延ロール粗さの上限は $1.0\mu\text{m}$ とする。好ましい圧延ロール粗さの上限は $0.50\mu\text{m}$ である。なお、本明細書中のRaとは、JIS-B-0601(2013)にて定められている算術平均粗さRaのことである。

【0011】

本発明では、前述の圧延ロール粗さに加え、圧延速度、圧延油動粘度及び圧延油吐出量を適正な範囲とする。これら3つの要件は、Fe-Ni系合金薄板の表面粗さの調整に必要な不可欠な因子である。特に、最終の冷間仕上圧延を行う場合に、これら3つの要件のうちの何れかが本発明で規定する範囲外となると、所望の表面粗さを得ることができなくなる。

< 圧延速度 >

本発明では、最終の冷間仕上圧延の圧延速度を 6.5m/s 以下とする。圧延速度を 6.5m/s 以下とするのは、Fe-Ni系合金薄板の表面粗さを、 $Ra = 0.15 \sim 0.5\mu\text{m}$ とするためである。圧延速度が過度に速いと、圧延油の噛み込み量が増大し、ロールとFe-Ni系合金薄板との接触面積が減少するため、ロールの粗さが転写され難くなり、Fe-Ni系合金薄板の表面粗さが低くなる。そのため、本発明では圧延速度を 6.5m/s 以下とする。好ましい圧延速度の上限は 4.0m/s である。より好ましくは 3.5m/s である。一方、圧延速度が過度に遅いと、生産性の低下を招き、コスト増となるため、圧延速度の下限は 0.5m/s とすることが良い。好ましい圧延速度の下限は 1.0m/s である。より好ましくは 2.0m/s である。

< 圧延油動粘度 >

また、最終の冷間仕上圧延に用いる圧延機で使用する圧延油の動粘度を $8\text{mm}^2/\text{s}$ 以上とする。圧延油の動粘度を $8\text{mm}^2/\text{s}$ 以上とするのはFe-Ni系合金薄板の表面粗さを、 $Ra = 0.15 \sim 0.5\mu\text{m}$ とするためである。圧延油の動粘度が低いと、圧延中の圧延油噛み込み量が増大し、ロールとFe-Ni系合金薄板との接触面積が減少するため、ロールの粗さが転写され難くなり、Fe-Ni系合金薄板の表面粗さが低くなる。そのため、圧延油の動粘度を $8\text{mm}^2/\text{s}$ 以上とする。好ましい圧延油の動粘度の下限は $9\text{mm}^2/\text{s}$ である。また、動粘度が過度に高いと、圧延中のFe-Ni系合金薄板とロールとの潤滑作用が減少し、サーマルクラウンの増大や、ヒートクラック等の問題を招くおそれがある。そのため、動粘度の上限は $40\text{mm}^2/\text{s}$ とする。好ましい圧延油の動粘度の上限は $35\text{mm}^2/\text{s}$ であり、更に好ましくは $20\text{mm}^2/\text{s}$ である。

< 圧延油吐出量 >

上述の圧延油動粘度と共に、圧延油吐出量もFe-Ni系合金薄板の粗さに影響する。圧延油吐出量が多いと、圧延油噛み込み量が増大し、接触面積の減少に伴い、ロールの粗さが転写され難くなる。そのため、圧延油吐出量は 35L/s 以下とする。好ましい圧延油吐出量の上限は 30L/s であり、更に好ましくは 25L/s である。なお、ロールの粗さを転写するのに最も望ましいのは、圧延油吐出量 0L/s の無潤滑圧延であるが、この場合、摩擦抵抗が大きくなり、加工によって生成される摩耗粉の増大を招き、Fe-Ni系合金薄板の表面清浄度が悪化する恐れがある。また、過酷な条件で圧延されるため、圧延ロールの肌荒れや、ヒートクラック等を生じる可能性もある。そのため、圧延油を用いる場合、圧延油吐出量の下限は 1L/s とするとよい。好ましい圧延油吐出量の下限は 5L/s であり、更に好ましくは 10L/s である。

また、Fe-Ni系合金薄板の幅については特に限定しないが、より良好な表面清浄度を保つためには、幅を 1100mm 以下に設定することが好ましい。

【0012】

< 洗浄工程 >

また、Fe-Ni系合金薄板の表面清浄度を向上させるために、最終の冷間仕上圧延を行った後、洗浄工程を実施することが好ましい。これは、密着性は接合するFe-Ni系合金薄板表面の清浄度にも影響するからである。特に、塑性加工を実施したFe-Ni系合金薄板の表面には、加工途中に発生した摩耗粉や、加工時に使用する油が付着している場合が多い。これらの異物は密着性を阻害する要因となるため、より密着性を向上させるために、洗浄工程を実施することが好ましい。洗浄工程を行う場合は、炭化水素系溶剤や、アルカリ性溶剤等を、噴霧あるいは攪拌した状態で使用することが出来る構造の洗浄層を用いることが望ましい。また、洗浄液系は、洗浄で除去した異物を含む洗浄液をフィルターで過する設備を有した循環型とし、洗浄層から出た材料を乾燥する設備を配置することで、連続的に洗浄が可能となり、経済的かつ高い生産性を維持することが出来る。

10

【0013】

次に、上述した本発明のFe-Ni系合金薄板の製造方法で得られるFe-Ni系合金薄板について説明する。

<表面粗さ>

本発明では、得られたFe-Ni系合金薄板の表面粗さを $Ra = 0.15 \sim 0.5 \mu m$ とすることで、他部材との接触面積を増大させると共に、板表面に形成する凹凸によりアンカー効果を高め、密着性を飛躍的に向上することができる。

表面粗さ Ra が $0.15 \mu m$ 未満であると、接触面積が少なくなり、表面の凹凸も低減するため、上記の接合材との密着力が低減する。そのため、表面粗さを $Ra = 0.15 \mu m$ 以上とする。また表面粗さはより粗い方が密着性の観点からみると望ましい。しかしながら、表面粗さが粗すぎると、高精細なエッチング加工を施す場合、かえって加工精度を阻害する要因となる。そのため、上限値は $0.5 \mu m$ とする。好ましい表面粗さは $0.15 \sim 0.4 \mu m$ である。

20

【実施例】

【0014】

(実施例1)

真空溶解、均熱化熱処理、熱間プレス及び熱間圧延を行って厚さ $3.0 mm$ の熱間圧延材を準備した。熱間圧延材の硬さを測定したところ、 $170 \sim 190 HV$ であった。熱間圧延材の化学組成を表1に示す。

その後、化学研磨、機械研磨にて熱間圧延材表面の酸化層を除去し、粗圧延を施し、トリム加工で素材幅方向の両端部にある熱間圧延時の亀裂を除去し、冷間圧延用素材を準備した。

30

次に、前述の冷間圧延用素材に対し、冷間圧延と連続焼鈍とを2回づつ繰り返した後、表2に示す条件により最終の冷間仕上圧延を行い、本発明例(No. 1~3)、比較例(No. 11、12)のFe-Ni系合金薄板を製造した。最終の冷間仕上圧延のパス回数は本発明例および比較例とも1回として、最終の厚さを $0.1 mm$ とした。なお、最終の冷間仕上圧延前の硬さは $135 HV$ であり、幅は $800 mm$ の広幅材である。得られた本発明例(No. 1~3)及び比較例(No. 11、12)のFe-Ni系合金薄板の表面粗さ(算術平均粗さ)を表2に示す。また、本発明で重要となる最終の冷間仕上圧延に用いる圧延ロール粗さと最終の冷間仕上圧延後のFe-Ni系合金薄板の表面粗さの相関を図1に示す。尚、表2および図1ではFe-Ni系合金薄板の表面粗さ「材料表面粗さ」と表示している。この圧延ロール粗さは、接触式ポータブル粗さ計を用い、材料表面粗さは、接触式表面粗さ計を用いて $4 mm$ の長さを測定し、算術平均粗さ Ra を測定した。

40

【0015】

【表1】

(mass%)					
C	Si	Mn	Ni	Co	残部
0.01	0.1	0.5	40.8	0.3	Fe及び不可避免的不純物

50

【 0 0 1 6 】

【 表 2 】

No.	圧延ロール 粗さRa (μm)	圧延速度 (m/s)	圧延油 動粘度 (mm^2/s)	圧延油吐出 量 (L/s)	材料表面 粗さRa (μm)	備考
1	0.26	1.7	10	21.7	0.27	本発明例
2	0.25	4.2	10	21.7	0.18	本発明例
3	0.74	1.7	10	21.7	0.29	本発明例
4	0.26	1.7	10	30.0	0.21	本発明例
11	0.13	2.0	10	21.7	0.10	比較例
12	0.12	1.7	10	21.7	0.09	比較例

※圧延ロール粗さおよび材料表面粗さは、接触式粗さ計にて3回測定した平均値を示す。

【 0 0 1 7 】

表 2 および図 1 に示す結果から、本発明で重要となる最終の冷間仕上圧延で用いる圧延ロール粗さを $Ra = 0.15 \sim 1.0 \mu\text{m}$ とし、比較例に対し粗くした、No. 1 ~ 4 (本発明例) において、Fe - Ni 系合金薄板の表面粗さが $Ra = 0.15 \sim 0.5 \mu\text{m}$ の範囲となり、比較例より高い値を示すことを確認できた。また、本発明例の No. 1 と No. 2 を比較した場合、圧延速度を速くした No. 2 の方が Fe - Ni 系合金薄板の表面粗さの Ra 値が低下していることが確認出来る。また、No. 1 よりも圧延油吐出量を増加させた No. 4 についても、No. 1 よりも Fe - Ni 系合金薄板の表面粗さの Ra 値が低下していることが確認出来る。このことから圧延速度が過度に速いと、あるいは圧延油吐出量を増加させると Fe - Ni 系合金薄板の表面粗さの Ra 値が低くなることを確認できた。

【 0 0 1 8 】

上述した結果より、本発明例と比較例に対して、Fe - Ni 系合金薄板の表面粗さを従来より粗くし、 $Ra = 0.15 \sim 0.5 \mu\text{m}$ とすることで、密着性が向上しているかの効果の確認を行った。効果の確認においては、圧延速度が同一条件である、No. 1、No. 3、No. 12 に対して効果の確認を行った。

密着力の評価については、硬化性樹脂との密着力を引張試験によって簡易評価した。なお、硬化性樹脂と試験片との密着性を十分に発揮させるために、試験片は洗浄槽内で攪拌されている炭化水素系溶剤に浸漬させ、その後乾燥したものを使用した。以下にその簡易評価方法および評価結果を示す。

【 0 0 1 9 】

< 引張試験による密着力評価方法 >

密着力評価は以下の手順で行った。

(1) 各条件 (No. 1、3、12) から長さ 200 mm、チャック部幅 35 mm、平行部長さ 75 mm、幅 12.5 mm の引張試験片を作製。

(2) 試験片の長さ方向中央部でシャー切断。

(3) 試験片を洗浄。

(4) エポキシ樹脂と硬化剤を 10 : 1 の割合で混合攪拌した後、切断した一方の試験片の片側端部 (幅 12.5 mm × 長さ 12.5 mm のエリア) に塗布。

(5) もう一方の試験片を樹脂塗布部 (幅 12.5 mm × 長さ 12.5 mm) に重複させて接合。(図 2 (A) (B))

(6) 接合した試験片の上に、荷重 ($0.4 \text{ g} / \text{mm}^2$) を加え、10 時間保持。

(7) 上記方法で作製した試験片に対して、引張試験 (初荷重 : 0.1 kN、速度 : 2 mm/min) を実施し、引張強さを測定。

上記(1)~(7)の手順で密着性評価を行った。評価試験結果後の試験片を図2(C)に示し、評価結果を表3に示す。

【0020】

【表3】

No.	材料表面粗さRa(μm)	最大荷重(N)	単位接合面積当たりの許容荷重(N/mm ²)	備考
1	0.27	323	2.07	本発明例
3	0.29	505	3.23	本発明例
12	0.09	228	1.46	比較例

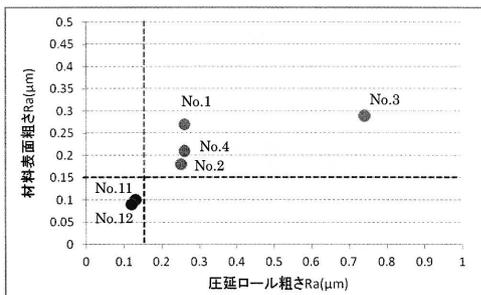
10

【0021】

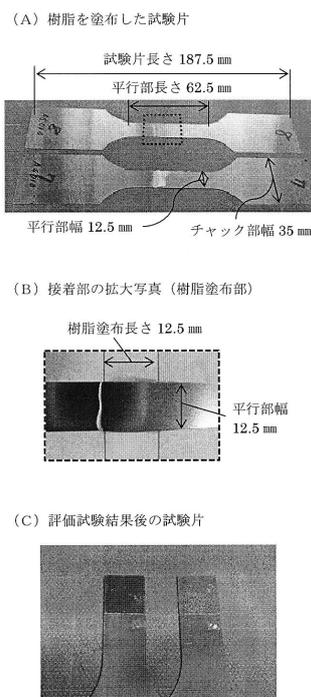
表3の評価結果から、本発明の方法を適用したNo.1及び3は比較例No.12に比べて約1.4~2.2倍、単位接合面積当たりの許容荷重が向上している。これより、本発明によれば、厚さが0.25mm以下の薄いFe-Ni系合金薄板において、Fe-Ni系合金薄板の表面粗さを従来より高くし、Ra=0.15~0.5μmとすることで、密着性を向上させることが可能であることがわかる。これにより、Fe-Ni系合金薄板と密着する相手材との密着不良を防止することが可能となる。

20

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I			
B 2 1 B	45/02	(2006.01)	B 2 1 B	45/02	3 3 0
H 0 1 L	23/48	(2006.01)	H 0 1 L	23/48	V

(56)参考文献 特開平10 - 270629 (JP, A)
 特開2010 - 214447 (JP, A)
 特開2004 - 300534 (JP, A)
 特開昭62 - 296901 (JP, A)
 特開2006 - 122984 (JP, A)
 特開2001 - 038403 (JP, A)
 特開平05 - 000301 (JP, A)
 米国特許第05537851 (US, A)
 特開平09 - 262603 (JP, A)
 特開平05 - 220503 (JP, A)
 特開平05 - 177213 (JP, A)
 特開平05 - 177212 (JP, A)
 特開平04 - 103743 (JP, A)
 特開平04 - 103744 (JP, A)
 特開2000 - 144338 (JP, A)
 国際公開第00/059652 (WO, A1)
 特開平03 - 281756 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B 2 1 B 1 / 0 0 - 1 1 / 0 0
 B 2 1 B 4 7 / 0 0 - 9 9 / 0 0
 B 2 1 B 4 5 / 0 0 - 4 5 / 0 8
 C 2 1 D 9 / 4 6 - 9 / 4 8
 H 0 1 L 2 3 / 4 8
 H 0 1 L 2 3 / 5 0