



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2018-0113556
(43) 공개일자 2018년10월16일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 - C21D 8/12 (2006.01) C21D 1/26 (2006.01)
 - C21D 9/46 (2006.01) C22C 38/00 (2006.01)
 - C22C 38/02 (2006.01) C22C 38/04 (2006.01)
 - C22C 38/06 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
 - C21D 8/1216 (2013.01)
 - C21D 1/26 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2018-7025891
- (22) 출원일자(국제) 2017년03월09일
 - 심사청구일자 2018년09월06일
- (85) 번역문제출일자 2018년09월06일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2017/009561
- (87) 국제공개번호 WO 2017/155057
 - 국제공개일자 2017년09월14일
- (30) 우선권주장
 - JP-P-2016-046016 2016년03월09일 일본(JP)

- (71) 출원인
 - 제이에프이 스틸 가부시키키가이샤
 - 일본 도쿄도 지요다꾸 우치사이와이쵸 2쵸메 2방 3고
- (72) 발명자
 - 에하시 유이코
 - 일본국 도쿄도 지요다꾸 우치사이와이쵸 2쵸메 2방 3고 제이에프이 스틸 가부시키키가이샤 치테키자 이산부 나이
 - 다케나카 마사노리
 - 일본국 도쿄도 지요다꾸 우치사이와이쵸 2쵸메 2방 3고 제이에프이 스틸 가부시키키가이샤 치테키자 이산부 나이
 - (뒷면에 계속)
- (74) 대리인
 - 이철

전체 청구항 수 : 총 2 항

(54) 발명의 명칭 **방향성 전자 강판의 제조 방법**

(57) 요약

고온 슬래브 가열을 필요로 하지 않고, 종래보다도 우수한 자기 특성을 갖는 방향성 전자 강판을 제공한다. 강 슬래브를 1300℃ 이하의 온도역에서 가열하고, 당해 강 슬래브에 열간 압연을 실시하여 열연 강판으로 하고, 당해 열연 강판에 열연판 어닐링을 실시하거나 또는 실시하지 않고, 상기 열간 압연 후의 열연 강판 또는 상기 열연판 어닐링 후의 열연 강판에, 1회의 냉간 압연 또는 중간 어닐링을 사이에 두는 2회 이상의 냉간 압연을 실시하여 최종 판두께를 갖는 냉연 강판으로 하고, 당해 냉연 강판에 1차 재결정 어닐링 및 2차 재결정 어닐링을 실시하는 방향성 전자 강판의 제조 방법으로서, 상기 중간 어닐링을 실시하지 않는 경우에는 상기 열연판 어닐링을 실시하고, 당해 열연판 어닐링의 승온 과정에 있어서, 700℃ 이상 950℃ 이하의 온도역 내에서, 10초 이상 120초 이하 동안, 승온 속도 10℃/s 이하의 승온을 행하고, 상기 중간 어닐링을 실시하는 경우에는, 최후의 중간 어닐링의 승온 과정에 있어서, 700℃ 이상 950℃ 이하의 온도역 내에서, 10초 이상 120초 이하 동안, 승온 속도 10℃/s 이하의 승온을 행하는, 방향성 전자 강판의 제조 방법.

(52) CPC특허분류

C21D 8/1244 (2013.01)

C21D 9/46 (2013.01)

C22C 38/001 (2013.01)

C22C 38/02 (2013.01)

C22C 38/04 (2013.01)

C22C 38/06 (2013.01)

(72) 발명자

하야카와 야스유키

일본국 도쿄토 지요다쿠 우치사이와이쵸 2쵸메 2반
3고 제이에프이 스틸 가부시키키가이샤 치테키자이산
부 나이

다카시마 미노루

일본국 도쿄토 지요다쿠 우치사이와이쵸 2쵸메 2반
3고 제이에프이 스틸 가부시키키가이샤 치테키자이산
부 나이

이마무라 타케시

일본국 도쿄토 지요다쿠 우치사이와이쵸 2쵸메 2반
3고 제이에프이 스틸 가부시키키가이샤 치테키자이산
부 나이

명세서

청구범위

청구항 1

질량%로,

C: 0.02% 이상 0.08% 이하,

Si: 2.0% 이상 5.0% 이하,

Mn: 0.02% 이상 1.00% 이하 그리고

S 및/또는 Se를 합계로 0.0015% 이상 0.0100% 이하

를 함유하고, N을 0.006% 미만 및 산 가용성 Al을 0.010% 미만으로 억제하고, 잔부는 Fe 및 불가피적 불순물로 이루어지는 성분 조성을 갖는 강 슬래브를, 1300℃ 이하의 온도역에서 가열하고,

당해 강 슬래브에 열간 압연을 실시하여 열연 강판으로 하고,

당해 열연 강판에 열연판 어닐링을 실시하거나 또는 실시하지 않고,

상기 열간 압연 후의 열연 강판 또는 상기 열연판 어닐링 후의 열연 강판에, 1회의 냉간 압연 또는 중간 어닐링을 사이에 두는 2회 이상의 냉간 압연을 실시하여 최종 판두께를 갖는 냉연 강판으로 하고,

당해 냉연 강판에 1차 재결정 어닐링 및 2차 재결정 어닐링을 실시하는 방향성 전자 강판의 제조 방법으로서,

상기 중간 어닐링을 실시하지 않는 경우에는 상기 열연판 어닐링을 실시하고, 당해 열연판 어닐링의 승온 과정에 있어서, 700℃ 이상 950℃ 이하의 온도역 내에서, 10초 이상 120초 이하 동안, 승온 속도 10℃/s 이하의 승온을 행하고, 상기 중간 어닐링을 실시하는 경우에는, 최후의 중간 어닐링의 승온 과정에 있어서, 700℃ 이상 950℃ 이하의 온도역 내에서, 10초 이상 120초 이하 동안, 승온 속도 10℃/s 이하의 승온을 행하는, 방향성 전자 강판의 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 성분 조성은, 추가로,

질량%로,

Sn: 0.5% 이하,

Sb: 0.5% 이하,

Ni: 1.5% 이하,

Cu: 1.5% 이하,

Cr: 0.1% 이하,

P: 0.5% 이하,

Mo: 0.5% 이하,

Ti: 0.1% 이하,

Nb: 0.1% 이하,

V: 0.1% 이하,

B: 0.0025% 이하,

Bi: 0.1% 이하,

Te: 0.01% 이하 및

Ta: 0.01% 이하

중으로부터 선택되는 1종 또는 2종 이상을 함유하는, 방향성 전자 강판의 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은, 변압기의 철심 재료에 적합한 방향성 전자 강판의 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 방향성 전자 강판은, 주로 변압기나 발전기 등의 전기 기기의 철심 재료로서 이용되는 연자기 특성 재료(soft magnetic material)로서, 철의 자화 용이축(easy magnetization axis)인 <001>방위가 강판의 압연 방향으로 고도로 정돈된 결정 조직을 갖는다. 이러한 집합 조직은, 방향성 전자 강판의 제조 공정 중, 2차 재결정 어닐링 시에, 소위 고스(Goss) 방위라고 칭해지는 (110)[001]방위의 결정립을 우선적으로 거대 성장시키는, 2차 재결정을 통하여 형성된다.

[0003] 이 방향성 전자 강판에 대해서는, 인히비터(inhibitor)라고 불리는 석출물을 사용하여, 마무리 어닐링 중에 Goss 방위를 갖는 입자를 2차 재결정시키는 것이 일반적인 기술로서 사용되고 있다. 예를 들면, 특허문헌 1에는, AlN, MnS를 사용하는 방법이 개시되고, 특허문헌 2에는, MnS, MnSe를 사용하는 방법이 개시되어, 공업적으로 실용화되고 있다. 이들 인히비터를 이용하는 방법은, 1300℃ 초과로 고온에서의 슬래브 가열을 필요로 하지만, 안정적으로 2차 재결정립을 발달시키는 데에 매우 유용한 방법이었다. 나아가서는, 이들 인히비터의 작용을 강화하기 위해, 특허문헌 3에는, Pb, Sb, Nb, Te를 이용하는 방법이 개시되어 있고, 특허문헌 4에는, Zr, Ti, B, Nb, Ta, V, Cr, Mo를 이용하는 방법이 개시되어 있다.

[0004] 또한, 특허문헌 5에는, 산 가용성 Al(sol.Al)을 0.010~0.060% 함유시키면서 N의 함유량을 억제함으로써, 슬래브 가열을 저온으로 억제하고, 탈탄 어닐링 공정으로 적정한 질화 분위기하에서 질화를 행함으로써, 2차 재결정 시에 (Al,Si)N을 석출시켜, 인히비터로서 이용하는 방법이 제안되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0005] (특허문헌 0001) 일본특허공고공보 소40-15644호
- (특허문헌 0002) 일본특허공고공보 소51-13469호
- (특허문헌 0003) 일본특허공고공보 소38-8214호
- (특허문헌 0004) 일본공개특허공보 소52-24116호
- (특허문헌 0005) 일본특허공보 제2782086호
- (특허문헌 0006) 일본공개특허공보 2000-129356호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 그러나, (Al,Si)N은, 2차 재결정 시에 강 중에 미세 분산되어 유효한 인히비터로서 기능하지만, Al의 함유량에 따라 인히비터의 강도가 결정되기 때문에, 제강에서의 Al량의 적중 정밀도가 충분하지 않은 경우나, 질화 처리에서의 N 증가량이 충분하지 않은 경우는, 충분한 입성장(grain growth) 억제력이 얻어지지 않는 경우가 있었다.

[0007] 한편, 인히비터 성분을 함유하지 않은 소재에 있어서, 고스 방위 결정립을 우위로 2차 재결정시키는 기술이 특허문헌 6에 개시되어 있다. 이 방법은, 인히비터의 강 중 미세 분산이 필요하지 않기 때문에, 필수였던 고온

슬래브 가열도 필요로 하지 않는 것 등, 비용면에서도 메인터너스면에서도 큰 메리트를 갖는 방법이다. 그러나, 인히비터리스(inhibitorless) 소재에서는, 1차 재결정 어닐링 시에 입성장을 억제하여, 일정한 입경으로 정돈하는 기능을 갖는 인히비터가 존재하지 않기 때문에, 불균일한 입경 분포가 되어, 우수한 자기 특성(magnetic property)을 실현하는 것은 반드시 용이하지는 않았다.

[0008] 본 발명은, 상기의 과제를 감안하여, 고온 슬래브 가열을 필요로 하지 않고, 종래보다도 우수한 자기 특성을 안정적으로 갖는 방향성 전자 강판을 제조하는 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0009] 이하, 본 발명을 이끌어내기에 이른 실험 결과에 대해서 설명한다.

[0010] <실험>

[0011] 질량%로, C: 0.04%, Si: 3.8%, 산 가용성 Al: 0.005%, N: 0.003%, Mn: 0.1%, S: 0.005%, Se: 0.003%, 잔부 Fe 및 불가피적 불순물로 이루어지는 강을 용제(steelmaking)하여, 1250℃로 가열하고, 열간 압연하여 판 두께 2.2mm의 열연판으로 하고, 이 열연판에 1030℃×100초로 열연판 어닐링을 실시했다. 이 열연판 어닐링의 승온 과정의 승온 속도를 750~850℃의 온도역에서는 3~20℃/s로 하고, 그 이외의 온도역에서는 15℃/s로 승온으로 했다. 그 후, 1회의 냉간 압연을 행하여, 최종 판두께의 0.22mm의 냉연판으로 했다.

[0012] 이어서, 55vol% H₂-45vol% N₂의 습윤 분위기하에서 860℃×100초의 탈탄(decarburization)을 겸한 1차 재결정 어닐링을 실시했다. 그 후, MgO를 주체로 하는 어닐링 분리제를 강판 표면에 도포하고, 건조한 후, 수소 분위기하에서 1200℃×5시간의 순화(purification)와 2차 재결정을 포함하는 마무리 어닐링을 실시했다. 이렇게 하여 얻어진 강판으로부터, 폭 100mm의 시험편을 각각 10매씩 채취하여, 각각 JIS C2556에 기재된 방법으로 자속 밀도 B₈을 측정했다. 이 측정 결과에 대해서, 열연판 어닐링의 승온 과정의 750~850℃의 온도역에서의 승온 속도를 가로축으로 하고, 자속 밀도 B₈의 평균값을 세로축으로 하여 도 1에 나타낸다. 도 1로부터, 열연판 어닐링의 750~850℃의 온도역을 10℃/s 이하의 속도로 승온함으로써, 우수한 자속 밀도가 불균일 없이 얻어지는 것을 알 수 있었다.

[0013] 열연판 어닐링의 승온 과정의 750~850℃의 온도역을 10℃/s 이하의 속도로 승온함으로써 자속 밀도가 향상된 이유에 대해서는 반드시 분명하지는 않지만, 본 발명자들은 다음과 같이 생각하고 있다. 즉, 이 온도역에서는 α 상으로부터 γ 상으로의 상 변태(phase transformation)가 일어나고, 온도가 높아질수록 상 변태가 진행(γ 상 분율이 증가)되지만, 승온 속도를 느리게 함으로써 상 변태 핵(nucleation)이 감소한다. 그 결과, 열연판 어닐링 중에 α 상의 입성장을 막는 γ 상의 수가 감소하여, 냉간 압연 전의 결정 입경이 조대화하여, 1차 재결정 조직의 {411}방위립(oriented grain)이 증가하기 때문에, {110}<001>방위립이 우선적으로 2차 재결정하여, 우수한 자기 특성이 얻어졌다고 생각된다.

[0014] 또한, 자속 밀도의 불균일이 저감된 이유에 대해서는 반드시 분명하지는 않지만, 본 발명자들은 다음과 같이 생각하고 있다. 즉, 승온 속도가 빠른 경우는 상 변태가 급속하게 진행되기 때문에, 열간 압연 후의 카바이드의 치우침에 의해 상 변태 핵의 밀도가 변화하고, 냉간 압연 전의 결정 입경이 불균일해지지만, 승온 속도를 느리게 함으로써 전체적으로 상 변태 핵 밀도가 성기게(sparse) 되어, 냉간 압연 전의 입경이 균일화하고, 냉간 압연 전의 입경차에 의해 발생하는 1차 재결정 조직의 방위의 불균일이 저감되고, 자속 밀도의 불균일이 저감되었다고 생각된다.

[0015] 즉, 본 발명은, 상기한 실험 결과에 기초하여, 추가로 검토를 거듭한 끝에 완성된 것으로서, 그의 요지 구성은, 이하와 같다.

[0016] 1. 질량%로,

[0017] C: 0.02% 이상 0.08% 이하,

[0018] Si: 2.0% 이상 5.0% 이하,

[0019] Mn: 0.02% 이상 1.00% 이하 그리고

[0020] S 및/또는 Se를 합계로 0.0015% 이상 0.0100% 이하

[0021] 를 함유하고, N을 0.006% 미만 및 산 가용성 Al을 0.010% 미만으로 억제하고, 잔부는 Fe 및 불가피적 불순물

로 이루어지는 성분 조성을 갖는 강 슬래브를, 1300℃ 이하의 온도역에서 가열하고,

- [0022] 당해 강 슬래브에 열간 압연을 실시하여 열연 강판으로 하고,
- [0023] 당해 열연 강판에 열연관 어닐링을 실시하거나 또는 실시하지 않고,
- [0024] 상기 열간 압연 후의 열연 강판 또는 상기 열연관 어닐링 후의 열연 강판에, 1회의 냉간 압연 또는 중간 어닐링을 사이에 두는 2회 이상의 냉간 압연을 실시하여 최종 판두께를 갖는 냉연 강판으로 하고,
- [0025] 당해 냉연 강판에 1차 재결정 어닐링 및 2차 재결정 어닐링을 실시하는 방향성 전자 강판의 제조 방법으로서,
- [0026] 상기 중간 어닐링을 실시하지 않는 경우에는 상기 열연관 어닐링을 실시하고, 당해 열연관 어닐링의 승온 과정에 있어서, 700℃ 이상 950℃ 이하의 온도역 내에서, 10초 이상 120초 이하 동안, 승온 속도 10℃/s 이하의 승온을 행하고, 상기 중간 어닐링을 실시하는 경우에는, 최후의 중간 어닐링의 승온 과정에 있어서, 700℃ 이상 950℃ 이하의 온도역 내에서, 10초 이상 120초 이하 동안, 승온 속도 10℃/s 이하의 승온을 행하는, 방향성 전자 강판의 제조 방법.
- [0027] 2. 상기 성분 조성은, 추가로,
- [0028] 질량%로,
- [0029] Sn: 0.5% 이하,
- [0030] Sb: 0.5% 이하,
- [0031] Ni: 1.5% 이하,
- [0032] Cu: 1.5% 이하,
- [0033] Cr: 0.1% 이하,
- [0034] P: 0.5% 이하,
- [0035] Mo: 0.5% 이하,
- [0036] Ti: 0.1% 이하,
- [0037] Nb: 0.1% 이하,
- [0038] V: 0.1% 이하,
- [0039] B: 0.0025% 이하,
- [0040] Bi: 0.1% 이하,
- [0041] Te: 0.01% 이하 및
- [0042] Ta: 0.01% 이하
- [0043] 중으로부터 선택되는 1종 또는 2종 이상을 함유하는, 상기 1에 기재된 방향성 전자 강판의 제조 방법.

발명의 효과

- [0044] 본 발명에 의하면, 최종 냉간 압연 직전의 어닐링(열연관 어닐링 또는 중간 어닐링)의 승온 히트 패턴을 최적화 함으로써(승온 과정에 있어서, 700℃ 이상 950℃ 이하의 온도 범위 중에서, 10초 이상 120초 이하 동안, 10℃/s 이하로 완만하게 승온하는 범위를 가짐으로써), 고온 슬래브 가열을 필요로 하지 않고, 종래보다도 우수한 자기 특성을 갖는 방향성 전자 강판을 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0045] 도 1은 승온 속도와 자속 밀도의 관계를 나타내는 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0046] (발명을 실시하기 위한 형태)

- [0047] 이하, 본 발명의 일 실시 형태에 따른 방향성 전자 강판의 제조 방법에 대해서 설명한다. 우선, 강의 성분 조성의 한정 이유에 대해서 서술한다. 또한, 본 명세서에 있어서, 각 성분 원소의 함유량을 나타내는 「%」는, 특별히 언급하지 않는 한 「질량%」를 의미한다.
- [0048] C: 0.02% 이상 0.08% 이하
- [0049] C는, 0.02%에 미치지 못하면, α - γ 상 변태가 일어나지 않고, 또한 탄화물 그 자체가 감소하여, 탄화물 제어에 의한 효과가 나타나기 어려워진다. 한편, 0.08%를 초과하면, 탈탄 어닐링으로, 자기 시효(magnetic aging)가 일어나지 않는 0.005% 이하로 C를 저감하는 것이 곤란해진다. 따라서, C는 0.02% 이상 0.08% 이하의 범위로 한다. 바람직하게는 0.02% 이상 0.05% 이하의 범위이다.
- [0050] Si: 2.0% 이상 5.0% 이하
- [0051] Si는, 강의 비(比)저항을 높여, 철손(iron loss)을 저감하는 데에 필요한 원소이다. 상기 효과는, 2.0% 미만에서는 충분하지 않고, 한편, 5.0%를 초과하면, 가공성이 저하되어, 압연하여 제조하는 것이 곤란해진다. 따라서, Si는 2.0% 이상 5.0% 이하의 범위로 한다. 바람직하게는 2.5% 이상 4.5% 이하의 범위로 한다.
- [0052] Mn: 0.02% 이상 1.00% 이하
- [0053] Mn은, 강의 열간 가공성을 개선하기 위해 필요한 원소이다. 상기 효과는, 0.02% 미만에서는 충분하지 않고, 한편, 1.00%를 초과하면, 제품판의 자속 밀도가 저하하게 된다. 따라서, Mn은 0.02% 이상 1.00% 이하의 범위로 한다. 바람직하게는 0.05% 이상 0.70% 이하의 범위로 한다.
- [0054] S 및/또는 Se를 합계로 0.0015% 이상 0.0100% 이하
- [0055] S 및/또는 Se는, MnS, Cu₂S 및/또는 MnSe, Cu₂Se를 형성함과 동시에, 고용 S, Se로서 입성장을 억제하여, 자기 특성 안정화 효과를 발휘한다. S 및/또는 Se의 합계가 0.0015% 미만이면 고용 S 및/또는 Se량이 부족하여 자기 특성이 불안정하게 되고, 0.0100%를 초과하면 열간 압연 전의 슬래브 가열에 있어서의 석출물의 고용이 불충분하게 되어 자기 특성이 불안정해진다. 따라서, 0.0015% 이상 0.0100%의 범위로 한다. 바람직하게는 0.0015% 이상 0.0070% 이하의 범위로 한다.
- [0056] N: 0.006% 미만
- [0057] N은 슬래브 가열 시 팽창 등의 결함의 원인이 되는 경우도 있기 때문에, 0.006% 미만으로 한다.
- [0058] 산 가용성 Al: 0.010% 미만
- [0059] Al은 표면에 치밀한 산화막을 형성하여, 탈탄을 저해하는 경우가 있다. 그 때문에, Al은, 산 가용성 Al량으로 0.010% 미만으로 한다. 바람직하게는 0.008% 이하로 한다.
- [0060] 이상, 본 발명의 기본 성분에 대해서 설명했다. 상기 성분 이외의 잔부는 Fe 및 불가피적 불순물이지만, 그 외에도 필요에 따라서, 자기 특성의 개선을 목적으로 하여, Sn: 0.5% 이하, Sb: 0.5% 이하, Ni: 1.5% 이하, Cu: 1.5% 이하, Cr: 0.1% 이하, P: 0.5% 이하, Mo: 0.5% 이하, Ti: 0.1% 이하, Nb: 0.1% 이하, V: 0.1% 이하, B: 0.0025% 이하, Bi: 0.1% 이하, Te: 0.01% 이하, Ta: 0.01% 이하 중으로부터 선택한 1종 또는 2종 이상을 적절히 첨가해도 좋다.
- [0061] 또한, 각 성분은 0% 초과, 상기의 상한 이하 함유하면 효과가 있기 때문에 하한은 특별히 정하지 않지만, Sn: 0.001% 이상, Sb: 0.001% 이상, Ni: 0.005% 이상, Cu: 0.005% 이상, Cr: 0.005% 이상, P: 0.005% 이상, Mo: 0.005% 이상, Ti: 0.005% 이상, Nb: 0.0001% 이상, V: 0.001% 이상, B: 0.0001% 이상, Bi: 0.001% 이상, Te: 0.001% 이상, Ta: 0.001% 이상 포함하는 것이 바람직하다.
- [0062] 특히 바람직하게는, Sn: 0.1% 이하, Sb: 0.1% 이하, Ni: 0.8% 이하, Cu: 0.8% 이하, Cr: 0.08% 이하, P: 0.15% 이하, Mo: 0.1% 이하, Ti: 0.05% 이하, Nb: 0.05% 이하, V: 0.05% 이하, B: 0.0020% 이하, Bi: 0.08% 이하, Te: 0.008% 이하, Ta: 0.008% 이하의 범위에서 첨가하는 것이 좋다.
- [0063] 다음으로, 본 발명에 따른 방향성 전자 강판의 제조 조건에 대해서 설명한다.
- [0064] 전술한 성분 조성을 갖는 강을 상법의 정련 프로세스로 용제한 후, 공지의 조괴-분괴 압연법 또는 연속 주조법으로 강 소재(슬래브)를 제조해도 좋고, 혹은, 직접 주조법으로 100mm 이하의 두께의 박주편을 제조해도 좋다.
- [0065] [가열]

- [0066] 상기 슬래브는, 상법에 따라, 1300℃ 이하의 온도로 가열한다. 가열 온도를 1300℃ 이하로 억제함으로써 제조 비용을 억제할 수 있다. 또한, 가열 온도는, MnS, CuS 및/또는 MnSe, CuSe를 완전히 고용시키기 위해, 1200℃ 이상이 바람직하다.
- [0067] [열간 압연]
- [0068] 상기 가열 후에, 열간 압연을 행한다. 열간 압연 온도는, 개시 온도를 1100℃ 이상, 종료 온도를 750℃ 이상으로 하는 것이, 조직 제어를 위해 바람직하다. 단, 종료 온도는, 억제력 제어를 위해, 900℃ 이하로 하는 것이 바람직하다.
- [0069] 또한, 주조 후, 가열하는 일 없이 즉시 열간 압연해도 좋다. 또한, 박주편의 경우에는, 열간 압연해도 좋고, 열간 압연을 생략하여 다음의 공정으로 진행해도 좋다.
- [0070] [열연판 어닐링]
- [0071] 그 후, 필요에 따라서 열연판 어닐링을 행한다. 이 열연판 어닐링의 어닐링 온도는, 양호한 자기 특성을 얻기 위해서는, 후술의 냉간 압연 공정에 있어서, 당해 냉간 압연을 1회만 행하는 경우는 1000~1150℃, 중간 어닐링을 사이에 두는 2회 이상의 냉간 압연을 실시하는 경우에는, 800~1200℃로 하는 것이 바람직하다.
- [0072] [냉간 압연]
- [0073] 그 후, 냉간 압연을 행한다. 중간 어닐링을 포함하는 2회 이상의 냉간 압연에 의해 최종 판두께까지 압연하는 경우, 열연판 어닐링의 어닐링 온도는 800~1200℃로 하는 것이 바람직하다. 800℃ 미만에서는, 열간 압연으로 형성된 밴드 조직이 잔류하여, 정립(uniformly-sized grain)의 1차 재결정 조직을 얻는 것이 어려워져, 2차 재결정의 발달이 저해된다. 한편, 1200℃를 초과하면, 열연판 어닐링 후의 입경이 현저하게 조대화(coarsen)하여, 최적의 1차 재결정 집합 조직을 얻는 것이 어려워지기 때문에, 1200℃ 이하인 것이 바람직하다. 이 온도 범위에서의 유지 시간은, 열연판 어닐링 후의 조직의 균일화를 위해 10초 이상 필요하지만, 장시간 유지해도 자기 특성 향상의 효과는 없기 때문에, 조업 비용의 관점에서 300초까지로 하는 것이 바람직하다. 또한, 중간 어닐링을 포함하는 2회 이상의 냉간 압연에 의해 최종 판두께까지 압연하는 경우에는, 열연판 어닐링을 생략할 수 있다.
- [0074] 냉간 압연을 1회만 행하는 경우(냉연 1회법)는, 열연판 어닐링이 최종 냉간 압연 직전의 어닐링이 되기 때문에, 열연판 어닐링은 필수이고, 또한 최종 냉간 압연 전의 입경 제어의 관점에서, 열연판 어닐링의 어닐링 온도는 1000℃ 이상 1150℃ 이하인 것이 바람직하다. 이 온도 범위에서의 유지 시간은, 열연판 어닐링 후의 조직의 균일화를 위해 10초 이상 필요하지만, 장시간 유지해도 자기 특성 향상의 효과는 없기 때문에, 조업 비용의 관점에서 300초까지로 하는 것이 바람직하다.
- [0075] 냉연 1회법의 경우는, 이 열연판 어닐링의 승온 과정에 있어서의 700℃ 이상 950℃ 이하의 온도역 내에서, 적어도 10초, 길어도 120초 동안, 10℃/s 이하의 승온 속도로 승온을 행할 필요가 있다. 이와 같이 함으로써, 자기 온도역에서 일어나는 상 변태 핵을 감소시키고, 1000~1150℃의 온도 범위에서 유지하고 있는 동안에 γ 상이 α 상의 결정립 성장을 막는 것을 억제할 수 있기 때문이다.
- [0076] 냉연 2회법의 경우는, 열간 압연 후 혹은 열연판 어닐링 후의 열연 강관은, 1회의 냉간 압연 또는 중간 어닐링을 사이에 두는 2회 이상의 냉간 압연을 하여 최종 판두께의 냉연판으로 한다. 중간 어닐링의 어닐링 온도는, 900~1200℃의 범위로 하는 것이 바람직하다. 900℃ 미만에서는, 중간 어닐링 후의 재결정립이 미세하고, 또한, 1차 재결정 조직에 있어서의 Goss핵이 감소하여 제품판의 자기 특성이 저하되는 경향이 있다. 한편, 1200℃를 초과하면, 열연판 어닐링과 마찬가지로, 결정립이 현저하게 조대화하여, 최적의 1차 재결정 집합 조직을 얻는 것이 어려워진다. 특히 최종 냉간 압연 전의 중간 어닐링은 1000~1150℃의 온도 범위가 바람직하고, 유지 시간은, 열연판 어닐링 후의 조직의 균일화를 위해 10초 이상 필요하지만, 장시간 유지해도 자기 특성 향상의 효과는 없기 때문에, 조업 비용의 관점에서 300초까지로 하는 것이 바람직하다.
- [0077] 또한, 냉연 2회법의 경우는, 최종 냉간 압연 전의 중간 어닐링의 승온 과정에 있어서의 700℃ 이상 950℃ 이하의 온도역 내에서, 적어도 10초, 길어도 120초 동안, 10℃/s 이하의 승온 속도로 승온을 행할 필요가 있다. 이와 같이 함으로써, 자기 온도역에서 일어나는 상 변태 핵을 감소시키고, 1000~1150℃의 온도 범위에서 유지하고 있는 동안에 γ 상이 α 상의 결정립 성장을 막는 것을 억제할 수 있기 때문이다.
- [0078] 또한, 최종 판두께로 하기 위한 냉간 압연(최종 냉간 압연)에서는, 1차 재결정 어닐링판 조직 중에 <111>//ND방

위를 충분히 발달시키기 위해, 압하율을 80~95%로 하는 것이 바람직하다.

[0079] [1차 재결정 어닐링]

[0080] 그 후, 1차 재결정 어닐링을 실시한다. 이 1차 재결정 어닐링은, 탈탄 어닐링을 겸해도 좋고, 탈탄성의 관점에서, 어닐링 온도는 800~900℃의 범위로 하는 것이 바람직하고, 또한, 분위기는 습윤 분위기로 하는 것이 바람직하다. 또한, 1차 재결정 어닐링의 승온 과정의 500~700℃의 구간을 30℃/s 이상으로 급속 가열함으로써, Goss 방위립의 재결정핵이 증가하고, 이에 따라 저철손화가 가능해지기 때문에, 고자속 밀도와 저철손을 겸비한 방향성 전자 강판을 얻을 수 있다. 단, 400℃/s를 초과하면, 과도한 집합 조직의 랜덤화가 발생하고 자성 열화가 일어나기 때문에, 30℃/s 이상 400℃/s 이하로 한다. 바람직하게는 50℃/s 이상 300℃/s 이하이다.

[0081] [어닐링 분리제의 도포]

[0082] 1차 재결정 어닐링을 실시한 강판에, 어닐링 분리제를 도포한다. MgO를 주체로 하는 어닐링 분리제를 적용함으로써, 그 후, 2차 재결정 어닐링을 실시함으로써, 2차 재결정 조직을 발달시킴과 함께 포스테라이트 피막을 형성할 수 있다. 편칭 가공성을 증시하여 포스테라이트 피막을 필요로 하지 않는 경우에는, 포스테라이트 피막을 형성하는 MgO는 사용하지 않고, 실리카나 알루미늄 등을 이용한다. 이들 어닐링 분리제를 도포할 때는, 수분을 반입하지 않는 정전 도포(electrostatic coating) 등을 행하는 것이 유효하다. 내열 무기 재료 시트(실리카, 알루미늄, 마이카)를 이용해도 좋다.

[0083] [2차 재결정 어닐링]

[0084] 그 후, 2차 재결정 어닐링(마무리 어닐링)을 행한다. 2차 재결정 어닐링은, 2차 재결정 발현을 위해서는 800℃ 이상에서 행하는 것이 바람직하고, 또한, 2차 재결정을 완료시키기 위해서는 800℃ 이상의 온도에서 20시간 이상 유지하는 것이 바람직하다. 또한, 양호한 포스테라이트 피막을 형성시키기 위해서는 1200℃ 정도의 온도까지 승온하고, 1시간 이상 보정(holding)하는 것이 바람직하다.

[0085] [평탄화 어닐링]

[0086] 2차 재결정 어닐링 후의 강판은, 그 후, 강판 표면에 부착된 미반응의 어닐링 분리제를 제거하기 위한 물 세정이나 브러싱, 산 세정 등을 행한 후, 평탄화 어닐링을 실시하여 형상 교정함으로써, 철손을 유효하게 저감할 수 있다. 이는, 2차 재결정 어닐링은 일반적으로 코일 형태로 행하기 때문에, 코일의 감김 성향이 생겨, 그것을 원인으로 철손 측정 시에 특성이 열화하는 경우가 있기 때문이다. 평탄화 어닐링의 어닐링 온도는 750~1000℃가 바람직하고, 어닐링 시간은, 10초 이상 30초 이하가 바람직하다.

[0087] [절연 피막 형성]

[0088] 또한, 강판을 적층하여 사용하는 경우에는, 상기 평탄화 어닐링의 전 또는 후에, 강판 표면에 절연 피막을 형성하는 것이 유효하고, 특히, 철손의 저감을 도모하기 위해서는, 절연 피막으로서, 강판에 장력을 부여할 수 있는 장력 부여 피막을 적용하는 것이 바람직하다. 또한, 장력 부여 피막의 형성에는, 바인더를 통하여 장력 피막을 도포하는 방법이나, 물리 증착법이나 화학 증착법에 의해 무기물을 강판 표층에 증착시키는 방법을 채용하면, 피막 밀착성이 우수하고 또한 현저하게 철손 저감 효과가 큰 절연 피막을 형성할 수 있다.

[0089] [자구(magnetic domain) 세분화 처리]

[0090] 또한, 철손을 보다 저감하기 위해, 자구 세분화 처리를 실시할 수 있다. 처리 방법으로서, 일반적으로 실시되고 있는 바와 같은, 최종 제품판에 홈을 형성하거나, 전자빔 조사, 레이저 조사, 플라즈마 조사 등에 의해, 선 형상 또는 점렬 형상으로 열 변형이나 충격 변형을 도입하는 방법, 최종 판두께로 냉간 압연한 강판 등, 중간 공정의 강판 표면에 에칭 가공을 실시하여 홈을 형성하거나 하는 방법등을 이용할 수 있다.

[0091] 그 외의 제조 조건은, 방향성 전자 강판의 일반적인 제조 방법에 따르면 좋다.

[0092] 실시예

[0093] (실시예 1)

[0094] 질량%로, C: 0.05%, Si: 3.0%, 산 가용성 Al: 0.005%, N: 0.003%, Mn: 0.06%, S: 0.004%, 잔부 Fe 및 불가피적 불순물로 이루어지는 강을 용제하여, 1250℃로 가열하고, 열간 압연하여 판두께 2.4mm의 열연 강판으로 하고, 1000℃×100초로 열연판 어닐링하고, 1030℃×100초의 중간 어닐링을 사이에 두는, 2회의 냉간 압연을 행하여, 최종 판두께의 0.27mm의 냉연 강판으로 했다. 중간 어닐링의 승온 과정은 표 1에 나타내는 조건으로

했다. 단, 기재 온도역 외의 승온 속도는, 1000℃까지의 승온에 대한 속도로 했다.

[0095] 이어서, 55vol% H₂-45vol% N₂의 습윤 분위기하에서 840℃×100초의 탈탄 어닐링을 겸한 1차 재결정 어닐링을 실시했다. 그 후, MgO를 주체로 하는 어닐링 분리체를 강판 표면에 도포하고, 건조한 후, 수소 분위기하에서 1200℃×5시간의 순화 처리와 2차 재결정을 포함하는 마무리 어닐링을 실시했다. 폭 100mm의 시험편을 각각 10매씩 채취하여, 각각 JIS C2556에 기재된 방법으로 자속 밀도 B₈을 측정했다. 측정된 자속 밀도 B₈의 평균값, 최댓값, 최솟값을, 표 1에 기재했다. 표 1의 결과로부터, 최종 냉간 압연 전의 어닐링에 있어서, 700℃ 이상 950℃ 이하의 온도역에서 10초 이상 120초 이하 동안, 10℃/s 이하로 승온을 행함으로써, 자기 특성을 나타내는 자속 밀도 B₈이 향상되고, 불균일도 저감되는 것을 알 수 있다.

표 1

| No. | 온도 범위 (°C) | 승온 속도 (°C/s) | 좌기(左記) 온도역 내의 시간 (s) | 좌기 온도역 외의 승온 속도 (°C/s) | 자속 밀도 B ₈ | | | 비고 |
|-----|---------------|-----------------|----------------------------|------------------------------|----------------------|------------|------------|-----|
| | | | | | 평균값 (T) | 최댓값 (T) | 최솟값 (T) | |
| 1 | 600~700 | 3 | 33 | 15 | 1.889 | 1.902 | 1.881 | 비교예 |
| 2 | 600~700 | 10 | 10 | 15 | 1.897 | 1.909 | 1.883 | 비교예 |
| 3 | 650~700 | 3 | 17 | 15 | 1.902 | 1.913 | 1.893 | 비교예 |
| 4 | 650~700 | 10 | 5 | 15 | 1.904 | 1.911 | 1.886 | 비교예 |
| 5 | 700~800 | 3 | 33 | 15 | 1.928 | 1.932 | 1.925 | 발명예 |
| 6 | 700~800 | 10 | 10 | 15 | 1.927 | 1.932 | 1.923 | 발명예 |
| 7 | 700~800 | 13 | 8 | 15 | 1.907 | 1.917 | 1.896 | 비교예 |
| 8 | 800~900 | 3 | 33 | 15 | 1.929 | 1.934 | 1.925 | 발명예 |
| 9 | 800~900 | 10 | 10 | 15 | 1.927 | 1.930 | 1.924 | 발명예 |
| 10 | 800~900 | 13 | 8 | 15 | 1.905 | 1.918 | 1.892 | 비교예 |
| 11 | 900~950 | 3 | 17 | 15 | 1.932 | 1.935 | 1.927 | 발명예 |
| 12 | 900~950 | 10 | 5 | 15 | 1.897 | 1.915 | 1.891 | 비교예 |
| 13 | 950~1000 | 3 | 33 | 15 | 1.908 | 1.917 | 1.895 | 비교예 |
| 14 | 700~900 | 3 | 67 | 15 | 1.931 | 1.935 | 1.928 | 발명예 |
| 15 | 700~900 | 10 | 20 | 15 | 1.928 | 1.932 | 1.925 | 발명예 |
| 16 | 700~900 | 13 | 15 | 15 | 1.908 | 1.911 | 1.893 | 비교예 |
| 17 | 800~850 | 3 | 17 | 15 | 1.927 | 1.930 | 1.923 | 발명예 |
| 18 | 800~850 | 10 | 5 | 15 | 1.906 | 1.915 | 1.897 | 비교예 |
| 19 | 800~810 | 0.1 | 100 | 15 | 1.929 | 1.933 | 1.924 | 발명예 |
| 20 | 900~1000 | 3 | 33 | 15 | 1.908 | 1.916 | 1.901 | 비교예 |
| 21 | 900~1000 | 10 | 10 | 15 | 1.892 | 1.906 | 1.885 | 비교예 |
| 22 | 800~850 | 5.5 | 9 | 15 | 1.905 | 1.910 | 1.893 | 비교예 |
| 23 | 700~950 | 2 | 125 | 15 | 1.899 | 1.918 | 1.895 | 비교예 |

[0096]

(실시예 2)

[0097]

[0098] 표 2에 기재된 성분 조성을 함유하는 강을 용제하여, 1300℃로 가열하고, 열간 압연하여 판두께 2.2mm의 열연 강판으로 하고, 1060℃×50초로 열연판 어닐링하고, 그의 승온 과정의 900~950℃를 2℃/s로, 그 이외의 온도역을 15℃/s로 승온하고, 1회의 냉간 압연을 행하여, 최종 판두께의 0.23mm의 냉연 강판으로 했다. 이어서, 55vol% H₂-45vol% N₂의 습윤 분위기하에서 850℃×100초의 탈탄 어닐링을 겸한 1차 재결정 어닐링을 했다.

[0099]

그 후, MgO를 주체로 하는 어닐링 분리체를 강판 표면에 도포하고, 건조한 후, 수소 분위기하에서 1200℃×5시간의 순화 처리와 2차 재결정을 포함하는 마무리 어닐링을 실시했다. 폭 100mm의 시험편을 각각 10매씩 채취하여, 각각 JIS C2556에 기재된 방법으로 자속 밀도 B₈을 측정했다. 측정된 자속 밀도 B₈의 평균값, 최댓값, 최솟값을 표 2에 기재했다. 표 2로부터, 강판이 본 발명에서 규정되는 성분 조성을 포함함으로써, 자기 특성이 향상되고, 불균일도 저감되는 것을 알 수 있다.

표 2

| No. | 성분 조성(질량%) | | | | | | | | 자속 밀도 B _s | | | 비고 |
|-----|------------|-----|------|-------|-------|--------|--------|------------------------------|----------------------|------------|------------|-----|
| | C | Si | Mn | Al | N | Se | S | 그 외 | 평균값 (T) | 최대값 (T) | 최소값 (T) | |
| 1 | 0.01 | 3.2 | 0.08 | 0.006 | 0.003 | 0.0030 | 0.0040 | - | 1.860 | 1.872 | 1.851 | 비교예 |
| 2 | 0.09 | 3.2 | 0.08 | 0.006 | 0.003 | 0.0031 | 0.0039 | - | 1.875 | 1.883 | 1.860 | 비교예 |
| 3 | 0.05 | 1.8 | 0.08 | 0.007 | 0.002 | 0.0031 | 0.0040 | - | 1.889 | 1.906 | 1.880 | 비교예 |
| 4 | 0.05 | 3.1 | 0.01 | 0.006 | 0.003 | 0.0030 | 0.0039 | - | 1.882 | 1.895 | 1.874 | 비교예 |
| 5 | 0.07 | 3.3 | 1.20 | 0.005 | 0.003 | 0.0030 | 0.0040 | - | 1.891 | 1.905 | 1.883 | 비교예 |
| 6 | 0.04 | 3.3 | 0.09 | 0.011 | 0.003 | 0.0032 | 0.0040 | - | 1.870 | 1.891 | 1.865 | 비교예 |
| 7 | 0.03 | 3.0 | 0.11 | 0.004 | 0.007 | 0.0030 | 0.0038 | - | 1.850 | 1.864 | 1.845 | 비교예 |
| 8 | 0.03 | 2.9 | 0.12 | 0.007 | 0.004 | 0.0120 | - | - | 1.877 | 1.883 | 1.870 | 비교예 |
| 9 | 0.06 | 2.8 | 0.08 | 0.005 | 0.003 | - | 0.0130 | - | 1.879 | 1.887 | 1.875 | 비교예 |
| 10 | 0.05 | 3.6 | 0.05 | 0.009 | 0.002 | 0.0014 | - | - | 1.881 | 1.886 | 1.873 | 비교예 |
| 11 | 0.05 | 3.6 | 0.05 | 0.008 | 0.003 | - | 0.0013 | - | 1.906 | 1.915 | 1.889 | 비교예 |
| 12 | 0.06 | 4.0 | 0.08 | 0.007 | 0.003 | 0.0030 | 0.0040 | - | 1.925 | 1.930 | 1.921 | 발명예 |
| 13 | 0.02 | 3.0 | 0.10 | 0.006 | 0.003 | 0.0031 | 0.0040 | - | 1.921 | 1.925 | 1.918 | 발명예 |
| 14 | 0.08 | 3.0 | 0.10 | 0.006 | 0.003 | 0.0031 | 0.0040 | - | 1.924 | 1.928 | 1.920 | 발명예 |
| 15 | 0.05 | 2.0 | 0.10 | 0.006 | 0.003 | 0.0031 | 0.0041 | - | 1.930 | 1.934 | 1.925 | 발명예 |
| 16 | 0.05 | 5.0 | 0.10 | 0.006 | 0.003 | 0.0033 | 0.0042 | - | 1.925 | 1.929 | 1.921 | 발명예 |
| 17 | 0.05 | 3.0 | 0.02 | 0.006 | 0.004 | 0.0030 | 0.0041 | - | 1.920 | 1.924 | 1.918 | 발명예 |
| 18 | 0.05 | 3.0 | 1.00 | 0.005 | 0.004 | 0.0030 | 0.0010 | - | 1.927 | 1.931 | 1.924 | 발명예 |
| 19 | 0.04 | 3.0 | 0.07 | 0.009 | 0.004 | 0.0030 | 0.0010 | - | 1.920 | 1.924 | 1.917 | 발명예 |
| 20 | 0.04 | 3.0 | 0.07 | 0.005 | 0.005 | 0.0032 | 0.0010 | - | 1.920 | 1.925 | 1.917 | 발명예 |
| 21 | 0.04 | 3.5 | 0.07 | 0.003 | 0.004 | 0.0015 | - | - | 1.923 | 1.928 | 1.920 | 발명예 |
| 22 | 0.03 | 3.5 | 0.07 | 0.007 | 0.004 | - | 0.0015 | - | 1.924 | 1.927 | 1.920 | 발명예 |
| 23 | 0.07 | 3.5 | 0.08 | 0.003 | 0.002 | 0.0100 | - | - | 1.920 | 1.926 | 1.917 | 발명예 |
| 24 | 0.07 | 3.5 | 0.08 | 0.003 | 0.003 | - | 0.0010 | - | 1.921 | 1.925 | 1.916 | 발명예 |
| 25 | 0.06 | 3.2 | 0.05 | 0.005 | 0.003 | 0.0030 | 0.0021 | Sn 0.1, Ni 0.8 | 1.931 | 1.935 | 1.926 | 발명예 |
| 26 | 0.04 | 3.3 | 0.09 | 0.005 | 0.003 | 0.0031 | 0.0020 | Sb 0.1, Cu 1.5 | 1.930 | 1.933 | 1.924 | 발명예 |
| 27 | 0.04 | 4.5 | 0.06 | 0.005 | 0.003 | 0.0012 | 0.0010 | Cr 0.1, P 0.5 | 1.930 | 1.935 | 1.928 | 발명예 |
| 28 | 0.07 | 3.4 | 1.00 | 0.007 | 0.004 | 0.0020 | - | Mo 0.1, Ti 0.05 | 1.931 | 1.936 | 1.927 | 발명예 |
| 29 | 0.04 | 2.0 | 1.00 | 0.005 | 0.003 | 0.0020 | 0.0020 | Nb 0.05, B 0.002 | 1.927 | 1.932 | 1.923 | 발명예 |
| 30 | 0.02 | 3.1 | 0.35 | 0.006 | 0.003 | 0.0030 | 0.0020 | V 0.05, Bi 0.08, Ta 0.008 | 1.933 | 1.937 | 1.929 | 발명예 |
| 31 | 0.06 | 3.4 | 0.05 | 0.006 | 0.003 | - | 0.0031 | Te 0.008, B 0.002, Cu 0.01 | 1.929 | 1.934 | 1.925 | 발명예 |
| 32 | 0.08 | 3.1 | 0.03 | 0.006 | 0.004 | 0.0022 | 0.0030 | Ni 0.01, Bi 0.005, Cr 0.01 | 1.934 | 1.937 | 1.930 | 발명예 |
| 33 | 0.04 | 3.7 | 0.05 | 0.009 | 0.005 | 0.0022 | 0.0023 | Mo 0.01, V 0.005, Sn 0.01 | 1.929 | 1.934 | 1.925 | 발명예 |
| 34 | 0.02 | 3.2 | 0.05 | 0.008 | 0.005 | 0.0010 | 0.0020 | Sb 0.005, Nb 0.0005, P 0.008 | 1.935 | 1.938 | 1.931 | 발명예 |
| 35 | 0.03 | 3.2 | 0.08 | 0.007 | 0.004 | - | 0.0020 | Cu 0.08, P 0.05, Sn 0.05 | 1.932 | 1.936 | 1.927 | 발명예 |

[0100]

도면

도면1

