極薄珪素鋼板の作製における連続焼鈍の検討

Very Thin Silicon Steel Tertiary Recrystallized by Continuous Annealing Method

大川将直・金 栄学・石山和志・荒川賢一

東北大学電気通信研究所, 仙台市青葉区片平 2-1-1 (〒980)

M. Ohkawa, Y. H. Kim, K. Ishiyama and K. I. Arai

Research Institute of Electrical Communication, Tohoku University, 2-1-1 Katahira, Aoba, Sendai 980

Thin grain-oriented silicon steels are well known to have very low iron losses. A continuous annealing method was used to obtain a long (over 1 m) thin grain-oriented silicon steels. As a result, thin grain-oriented silicon steels 40 μm thick and 1 m long were obtained. The annealing temperature was 1423K and the sample speed was 0.7~2.1 mm/s. The annealing time needed to complete the recrystallization of (110)[001] grains was only a few minutes. However, the grain size of the sample was not uniform. Therefore, the magnetic properties depend on the position of the sample.

Key words: 3% Si-Fe, tertiary recrystallization, continuous annealing, (110)[001] texture, grain size

1. はじめに

筆者らは、(110)[001]組織を有する方向性珪素鋼板に圧延を施した後、適当な条件で熱処理を行うと、(110)[001]組織を有する結晶粒が三次再結晶粒成長¹⁾することを利用して、極薄方向性珪素鋼板を作製し、その鉄損値が従来の方向性珪素鋼板に比べ大幅に低いことを見いだした^{2,3)}。

これまでこの極薄方向性珪素鋼板の作製に当たっては、試料を熱処理する際、熱処理炉の均熱範囲に試料を保持した状態で行う、いわゆるバッチ焼鈍により行ってきた。また、従来の方向性珪素鋼板もこれと同様な、高温、長時間のボックス焼鈍によって二次再結晶粒を成長させて作製されている^{4),5)}。しかしながら、これらの方法では一度に作製できる試料の量が均熱範囲の大きさによって決定される。このため、大量の試料を作製するためには大型の熱処理炉が必要となる。

そこで我々は、極薄方向性珪素鋼板において三次再結晶粒成長が板厚 60 μm の試料では 600 s 程度と非常に短時間のバッチ焼鈍で完了している⁶⁾ことに注目し、これまでの熱処理方法とは異なる連続焼鈍による熱処理を検討し、極薄方向性珪素鋼板を作製した。この熱処理方

法は試料を移動させ、熱処理炉の均熱範囲を通過させることで、連続的に焼鈍する方法である。本論文は、極薄方向性珪素鋼板が連続焼鈍によって作製でき、その熱処理に必要な時間が極めて短時間であったことについて報告するものである。

2. 実験方法

母材として Cu の含有量を 20 ppm 以下にまで除去⁶⁾した高磁束密度方向性珪素鋼板 (280 μm 厚) を用いた。これをワークロール径 20 mm の 4 段圧延機を用いて、板厚 26~40 μm まで冷間圧延し、幅 5~20 mm、長さ数百 mm に切断して試料とした。この試料を約 1.5×10^{-3} Pa の真空中において、1423K の均熱範囲中を移動させて熱処理を施した。熱処理には、赤外線集中加熱炉 (均熱長約 120 mm) または抵抗加熱炉 (均熱長約 300 mm) を用いた。それぞれの熱処理炉の概観図を Fig. 1 および Fig. 2 に示す。試料の移動速度は、赤外線集中加熱炉において熱処理する場合は 1.0 mm/s、抵抗加熱炉において熱処理する際は 0.70~2.1 mm/s とした。赤外線集中加熱炉で熱処理する際は、Fig. 1 に示すように試料を設置した石英管を磁石を用いて動かすことで、試料を移動させ均熱範囲中を通過させた。また抵抗加熱炉で熱処理する際は、Fig. 2 にあるように巻き取りリールをステッピングモータで制御して試料を巻き取り、均熱範囲を通過させるようにした。熱処理後の試料の直流磁気

Fig. 1 Schematic illustration of the infrared furnace.

Fig. 2 Schematic illustration of the resistor furnace.

特性は直流 B - H ループトレーサで測定し、再結晶組織はエッチピットを顕微鏡で評価した。

3. 実験結果ならびに考察

3.1 赤外線集中加熱炉による連続焼鈍の検討

極薄方向性珪素鋼板の連続焼鈍による作製の可能性を探るため、これまでのパッチ焼鈍に使用していた赤外線集中加熱炉を用いて試料に連続焼鈍を施した。本節は熱処理後の試料の直流磁気特性および再結晶組織について調べた結果を述べるものである。

長さ約 0.6 m、板厚 $34\ \mu\text{m}$ の試料について連続焼鈍を施した結果、120 s 程度の熱処理で再結晶組織は集積度の高い (110)[001] 組織となり、三次再結晶粒成長が完了していることがわかった。Fig. 3 に、この試料の長手方向に約 40 mm ごとに直流磁気特性を測定した結果を示す。測定に用いた検出用コイルの長さは 40 mm である。800 A/m 印加時の磁束密度 B_8 は試料全体にわたり 1.95 T 以上の値を示していることがわかる。このことは、再結晶組織が高集積度の (110)[001] 組織となっていることから容易に理解できる。また同図から保磁力 H_c の値が 10 A/m 以下の値でほぼ一定となっており、これまでパッチ焼鈍で作製した極薄方向性珪素鋼板と同様の優れた値を示すことがわかる。また、長さ約 1 m 程度、板厚 $26\ \mu\text{m}$ の試料においても同様の熱処理で三次再結晶粒成長が完了し、 B_8 は 1.95 T 以上、 H_c は 10 A/m 以下の優れた値を示すことが確認できた。

以上の結果から、赤外線集中加熱炉を用いた連続焼鈍による熱処理で、(110)[001] 三次再結晶粒が成長し、極薄方向性珪素鋼板が短時間で作製できることが明らかとなった。

3.2 抵抗加熱炉による連続焼鈍の検討

前節で、これまでのパッチ焼鈍に用いていた赤外線集中加熱炉において連続焼鈍を施すことにより、極薄方向性珪素鋼板の作製が可能であることを示した。本節では加熱方式の異なる抵抗加熱炉を用いて、極薄方向性珪素鋼板の連続焼鈍による作製について検討した。

Fig. 3 B_8 and H_c of continuous annealed sample.

Fig. 4 Tertiary recrystallized sample (1000 mm × 10 mm × $40\ \mu\text{m}$).

Fig. 4 に抵抗加熱炉における連続焼鈍によって作製された長さ 1 m の試料の写真を示す。試料表面がこれまでのパッチ焼鈍によって作製された試料と同様に平滑で、金属光沢を有していることがわかる。Fig. 5 には、板厚 $40\ \mu\text{m}$ の試料の熱処理回数の増加に伴う直流磁気特性の変化を示す。ここで、1 回の熱処理では試料を一定の速度で均熱範囲を 1 回通過させるようにしている。 B_8 は 1 回の熱処理で 1.9 T 以上の高い値を示している。これから極めて短時間の熱処理で、三次再結晶粒成長により (110)[001] 組織の集積度が高くなることがわかる。また H_c は熱処理回数を増すに従い減少し、合計熱処理時間 500 s 程度で数 A/m となり飽和する。この H_c の減少は、(110)面同士の食い合いによる正常粒成長の結果であり、この粒成長が完了したところで H_c の値が飽和したと考えられる。

成長が完了した (110)[001] 三次再結晶粒の結晶粒径は大半が 1 mm 程度以下であったが、一部の試料において試料の一部分に、Fig. 6 に示すような長手方向に数十 mm にまで成長した (110)[001] 結晶粒（以下、巨大粒と呼ぶ）が存在することがわかった。これまでの実験結果からは、巨大粒の存在する原因については明らかとなっていない。しかし、巨大粒の成長に関してその成長方向から次のような考察ができる。これまでに成長した巨大

Fig. 5 Annealing time dependence of B_8 and H_c .

Fig. 6 Recrystallized texture with a giant grain.

粒はすべて、Fig. 6 からもわかるように試料の長手方向へ成長しており、幅方向への広がりはない。試料は熱処理炉の均熱範囲付近で温度勾配の存在する部分を連続的に通過しており、その際温度勾配方向への結晶粒成長⁷⁾が起こったものと考えられる。

以上より、抵抗加熱炉においても連続焼鈍により極薄方向性珪素鋼板の作製が可能であることが明らかとなった。この結果は、大量の極薄方向性珪素鋼板を極めて短時間で作製できることを示すものである。また、作製された試料の結晶粒径は大半が 1 mm 程度以下であるが、一部の試料で長手方向に数十 mm に成長した巨大粒が観測された。

3.3 巨大粒の直流磁気特性への影響

前節において試料の一部に巨大粒が存在する場合があることが確認された。本節では巨大粒が及ぼす試料の直流磁気特性への影響を調べるために、巨大粒が一部に成長した試料を用いて、試料の直流磁気特性の長手方向での場所によるばらつきを調べた。

一部に巨大粒を有する長さ 300 mm、幅 6 mm、板厚 $40\mu\text{m}$ の極薄方向性珪素鋼板について、長手方向に 50

Fig. 7 Dependence of B_8 and H_c on the position of the sample.

Fig. 8 Recrystallized texture in two sections, (a) and (b), of the sample in Fig. 7.

mm ごとに直流磁気特性を測定した結果を Fig. 7 に示す。またこの図中 (a), (b) として示している部分での結晶粒の様子をそれぞれ Fig. 8(a), (b) に示す。この試料において Fig. 7 に示す (b) の位置に Fig. 8(b) に示すような巨大粒が存在しており、これ以外の部分はすべて Fig. 8(a) に示すような再結晶組織となっている。Fig. 7 より B_8 の値は全体に 1.94 T 程度と一定であることがわかる。巨大粒の有無にかかわらず再結晶組織がすべて (110)[001] 組織となっているためと考えられる。また同図より、(b) の位置での H_c の値が他の部分に比べ大きく減少していることがわかる。この位置に巨大粒が存在しているため、結晶粒径が増大し、それに伴って H_c が減少した⁸⁾ものと考えられる。

巨大粒が存在することにより、試料に局所的な直流磁気特性のばらつきが生じることが明らかとなった。そこで今後、磁気特性の局所的な差異をもたない極薄方向性

珪素鋼板の作製のために、結晶粒径を試料全体にわたり均一にすることが望まれる。また結晶粒径は試料の直流磁気特性に大きな影響を及ぼしており、結晶粒径を制御する手法を確立することで、連続焼鈍によって作製される極薄方向性珪素鋼板の磁気特性の大幅な向上が期待される。

4. ま と め

極薄方向性珪素鋼板の作製において、試料に連続焼鈍による熱処理を施し、その直流磁気特性および再結晶組織について調べたところ、以下に示すような知見を得た。

(1) 赤外線集中加熱炉において連続焼鈍による熱処理を施すことで、三次再結晶粒成長が完了し、長さ1 mmの極薄方向性珪素鋼板が実現した。

(2) 抵抗加熱炉においても、試料に連続焼鈍を施すことで(110)[001]三次再結晶粒が成長し、数分間と極めて短時間の熱処理で大量の極薄方向性珪素鋼板が作製できた。

(3) 試料の結晶粒径は1 mm以下のものが大半を占めていたが、一部の試料において試料の長手方向に数十mmにまで成長した(110)[001]巨大粒が存在した。巨大粒の存在する部分では、結晶粒径の増大によって巨大粒の存在していない部分に比べ H_c の値が減少した。

以上の結果より、連続焼鈍によって大量の極薄方向性珪素鋼板を短時間で作製できることが明らかとなった。また、結晶粒径制御の手法を確立し、結晶粒径の均一な試料を作製することによって、より磁気特性の優れた試料の連続焼鈍による作製が期待できる。

謝 辞 本研究において母材として用いた高磁束密度方向性珪素鋼板を御提供いただいた新日鐵(株)野沢忠生氏に深く感謝いたします。

文 献

- 1) J. L. Walter and C. C. Dunn: *Trans. Metall. Soc. AIME*, **215**, 465 (1959).
- 2) K. I. Arai and K. Ishiyama: *J. Appl. Phys.*, **64**, 5352 (1988).
- 3) K. I. Arai, K. Ishiyama and H. Mogi: *IEEE Trans. Magn.*, **25**, 3439 (1989).
- 4) 清水, 原勢: 日本金属学会誌, **53**, 571 (1989).
- 5) 原勢, 清水: 日本金属学会誌, **54**, 1 (1990).
- 6) K. Ishiyama, K. I. Arai and T. Honda: *J. Appl. Phys.*, **70**, 6262 (1991).
- 7) T. Nozawa, T. Nakayama and Y. Ushigami: *J. Magn. Magn. Mat.*, **58**, 67 (1986).
- 8) T. Nagashima: *Berichte Arbeitsgem. Ferromag.* (Suppl.), 148 (1959).

1992年11月17日受理, 1993年2月2日採録