
新しい高磁束密度低鉄損無方向性珪素鋼板の開発

Development of a New Non-oriented Silicon Steel with Higher Permeability and Lower Core Loss

入江 敏夫(Toshio Irie) 松村 洽(Koh Matsumura) 中村 広登(Hiroto Nakamura)
荘野 保之(Yasuyuki Shono)

要旨：

磁束密度が高く、従来の最高級品より低い鉄損を持つ新しい無方向性珪素鋼板を開発した。この新製品の開発は主に次の二つの知見に基づいて達成された。1) 0.3%以上の Al を含む珪素鋼の正常粒成長を阻害するのは 0.1μ 以下の微細な硫化物であり、微量の希土類元素を添加すると固溶温度が高くなるため S は微細な形では析出しない。2) 2 回冷延工程において適当な中間焼鈍と 2 次冷延率の組合せにより集合組織が改善され、(hk0) [001] を主方位とする特異な集合組織が得られる。この新製品は回転機の鉄損の低減が期待され、特に圧延方向とその直角方向の鉄損の和は方向性珪素鋼板のそれより低いので、大形 2 極タービン発電機鉄心にも適すると考えられる。

Synopsis：

A new non-oriented silicon steel that surpasses JIS S-09 grade (best grade in the world) in permeability and core loss has been developed based on the following two findings: 1) It is finely dispersed sulfides smaller than 0.1μ that inhibit normal grain growth in silicon steel, but a small amount of rare earth metal (REM) added to molten steel forms large REM sulfides or oxysulfides with elevated solid solution temperatures, thereby preventing the precipitation of the fine sulfides. 2) The texture after final annealing is improved by an appropriate combination of an intermediate annealing condition and a second cold reduction, permitting a special texture consisting mainly of (hk0) [001]. As the sum of core losses parallel and perpendicular to the rolling direction is less than that of a grain oriented silicon steel, the new product is expected to reduce the energy loss of a rotating electrical apparatus and is considered to be suitable for a two-pole turbo-generator, too.

(c)JFE Steel Corporation, 2003

UDC 669.15'782-194
669.14.018.583
548.53:548.735.6

新しい高磁束密度低鉄損無方向性 珪素鋼板の開発

Development of a New Non-oriented Silicon Steel with
Higher Permeability and Lower Core Loss

入 江 敏 夫*

Toshio Irie

松 村 洽*

Koh Matsumura

中 村 広 登*

Hiroto Nakamura

莊 野 保 之**

Yasuyuki Shono

Synopsis:

A new non-oriented silicon steel that surpasses JIS S-09 grade (best grade in the world) in permeability and core loss has been developed based on the following two findings:

- 1) It is finely dispersed sulfides smaller than 0.1μ that inhibit normal grain growth in silicon steel, but a small amount of rare earth metal (REM) added to molten steel forms large REM sulfides or oxysulfides with elevated solid solution temperatures, thereby preventing the precipitation of the fine sulfides.
- 2) The texture after final annealing is improved by an appropriate combination of an intermediate annealing condition and a second cold reduction, permitting a special texture consisting mainly of $\{hk0\}\{001\}$.

As the sum of core losses parallel and perpendicular to the rolling direction is less than that of a grain oriented silicon steel, the new product is expected to reduce the energy loss of a rotating electrical apparatus and is considered to be suitable for a two-pole turbo-generator, too.

1. ま え が き

珪素鋼板は発電機、変圧器、電動機などの心臓部に当たる鉄心に使用される鋼板であるが、これらの機器を使用していると、鉄心を磁化するために流した電力が本来の目的でない発熱となって失われる。したがって、珪素鋼板としては当然この浪費電力、すなわち「鉄損」が少しでも低いことが必要であるが、さらに電気機器を小型化するために磁束密度が高いことも要求される。

わが国の珪素鋼板はその製造技術および生産量ともに世界最高であり、なかでも変圧器に用いられる方向性珪素鋼板の分野では、高磁束密度低鉄損の HiB コアーや RG-H コアーの開発により著しい進歩がもたらされたのに対し、発電機および電動機に用いられる無方向性珪素鋼板の分野では、加工性の向上のほかにはここ約 10 年間目立った発展が見られなかった。

このたび開発した新製品は結晶粒成長性と集合組織を改良したもので、従来の最高級品 S-09 よ

* 技術研究所珪素鋼研究室主任研究員
〔昭和52年8月10日原稿受付〕

** 技術研究所珪素鋼研究室

りさらに鉄損が低く、しかも磁束密度の高い無方向性珪素鋼板である。本報はこの新製品の製造方法および磁気特性について述べたものである。

2. 製造方法

無方向性珪素鋼板の鉄損のうち約70%は履歴損から成り、結晶方位が同じであれば粒径が大きいほど磁化の妨げとなる結晶粒界が減少するので履歴損は小さくなる。一方、渦流損は結晶粒径が大きくなると磁区幅が大きくなるため増大し、全鉄損すなわち両者の和が極小となる粒径は約0.2mmであることが実験的に求められた。しかし冷間圧延した珪素鋼板を連続焼鈍して得られる粒径は通常0.1mm程度であるから、鉄損の低い無方向性珪素鋼板を製造するには結晶粒径を大きく成長させる努力がなされてきた。

従来から採用されている工程を次に示す。

- (1) 鋼塊→熱間圧延→強冷間圧延→中間焼鈍→軽冷間圧延→連続焼鈍
- (2) 鋼塊→熱間圧延→強冷間圧延→高温箱焼鈍

工程(1)における軽冷延は、最終の連続焼鈍の際に再結晶核発生には寄与しないが、結晶粒界移動を容易にする歪エネルギーをもたらす短時間で結晶粒を大きく成長させる。しかし、製品の集合組織がまったくランダム化するため磁束密度が低く、高磁場での磁気特性が悪いという欠点がある。工程(2)は高温長時間の焼鈍により粒成長を図るもので、磁束密度は(1)の軽圧下法に比べれば高いが、高温箱焼鈍を行う前に鋼板同士の融着を防止するための焼鈍分離剤を塗布し、焼鈍後にはこれを除去したうえで巻きぐせを除去するための平坦化焼鈍を行う必要があり、著しく製造コストが高くなる。

本報の新製品の製造方法は単に鉄損が低いだけでなく、磁束密度も高い珪素鋼板を高温箱焼鈍を利用せずに製造することを目標に開発されたもので、

- (a) 結晶粒径を短時間焼鈍で大きく成長させるためには希土類元素の添加が有効である
- (b) 2回冷延法において、適当な冷延圧下率と中間焼鈍条件とを組み合わせることにより(hk0)(001)を主方位とする、磁気特性に有利

な集合組織が得られる

という知見に基づいて完成したものである。

2・1 希土類元素添加による正常粒成長の促進

2・1・1 微細析出物の同定

焼鈍時に結晶の正常粒成長を阻害するのは、主として 0.1μ 以下の分散した微細析出物である。従来この微細析出物はAlNであると考えられていたが、0.3%以上のAlを含有する3%珪素鋼の場合、熱間圧延前の鋼塊の加熱温度が 1250°C 以下であればAlNは微細な形では析出しないことが知られている¹⁾。しかし、この加熱温度でも粒成長性が悪いことが多く、焼鈍後の製品を透過電子顕微鏡観察すると $0.02\sim0.10\mu$ の微細析出物が多数観察される。この微細析出物をエネルギー分散型X線分析法を用いて分析した結果の一例をPhoto. 1に示す。Photo. 1によれば、析出物はいずれも硫化物が主体である。これらの微細硫化物は、熱間圧延前の鋼塊の加熱時には固溶しており、熱間圧延中に冷却され析出したものと推定される。

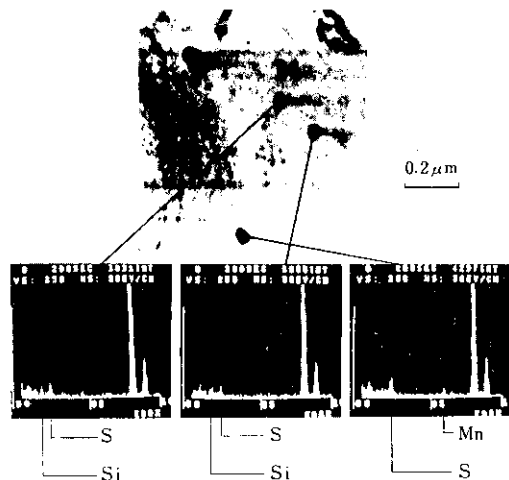


Photo. 1 Energy dispersive X-ray spectrogram of fine precipitates in an ordinary non-oriented 3%Si steel sheet

2・1・2 希土類元素添加による硫化物の微細析出防止^{2~4)}

結晶粒成長を阻害する微細硫化物に関連して、S量と粒径の関係および粒径と磁気特性の関係を

調べた。S 量の異なる 3.0~3.2%Si, 0.4~0.6%Al 工程品スラブを 1200°C で加熱して熱間圧延し、前述 (2) の冷延 1 回法で 0.35mm に冷延し、高温箱焼鈍の代りに 950°C, 5min の仕上焼鈍を行った時の粒径および鉄損を Fig. 1 に示す。S が低くなるとともに粒径が大きくなり、鉄損が低下する傾向が明瞭である。

しかし、工業的に安定して 0.002~0.003% の極低硫鋼を溶製するのは困難であるが、S 量が同じレベルでも熱延中に微細に分散析出しないような形に変えておくことができれば、S の悪影響を除去できるはずである。硫化物の中では希土類元素 (REM) の硫化物が最も安定であり、REM は溶鋼中における溶解度が低いことを利用して脱硫剤としても使用されている。ここでは工業的に使用されている、主成分が Ce, La, Pr および Nd から成る合金か、その珪化物を溶鋼に添加した場合の結晶粒成長性について述べる。Table 1 に示す成分の 2 種類の小鋼塊を次の工程で処理し、粒成長性を調べた。

鋼塊加熱 (1050°~1300°C×30min)→熱間圧延→酸洗→冷間圧延 (0.50mm)→仕上焼鈍 (900°C×30min, Ar 中)

鋼塊加熱温度と仕上焼鈍後の結晶粒径を Fig. 2 に、析出物の電子顕微鏡写真を Photo. 2 に示す。Fig. 2 によれば、REM 添加材 B は、鋼塊の加熱を 1300°C で行くと粒径は 50 μ までしか成長しないが、1250°C 以下であれば 80 μ 以上に成長するのに対し、REM を含まない A で 80 μ 以上の粒

Table 1 Chemical composition of 30kg ingots (%)

	Si	Mn	S	Al	REM
A	3.19	0.21	0.004	0.62	—
B	3.22	0.21	0.005	0.63	0.010

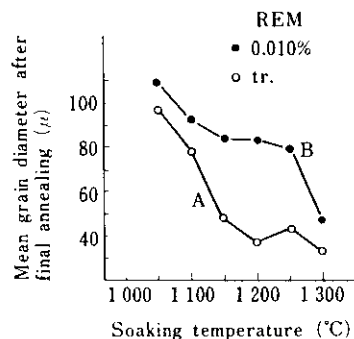


Fig. 2 Effect of soaking temperature of 30kg ingot on normal grain growth

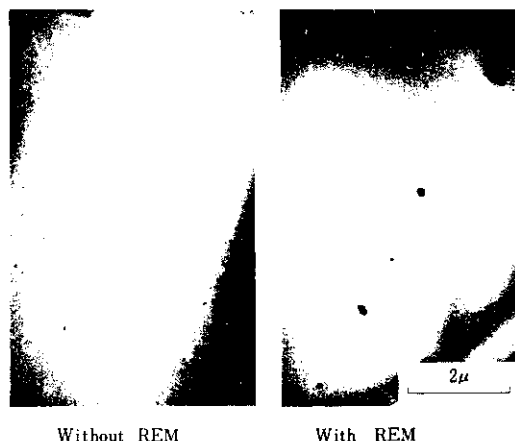


Photo. 2 Transmission electronmicrographs of precipitates in comparison of two 30kg ingots soaked at 1250°C

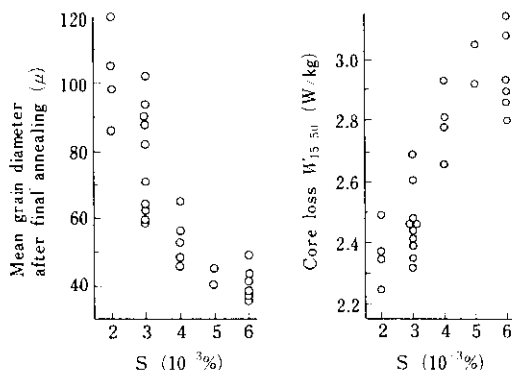


Fig. 1 Influences of S content on normal grain growth and core loss in ordinary 3%Si-0.5%Al steel sheet

径を得るには鋼塊加熱温度を 1100°C 以下に下げなければならない。しかし、珪素鋼は温度が低くなると変形抵抗が急激に大きくなり、工業的には適さない。

1200°C で工程品スラブを加熱し熱間圧延、冷間圧延後 10min の焼鈍により得られる粒径と焼鈍温度の関係を Fig. 3 に示す。REM を含まない試料は、840°C までは焼鈍温度による粒径の変化

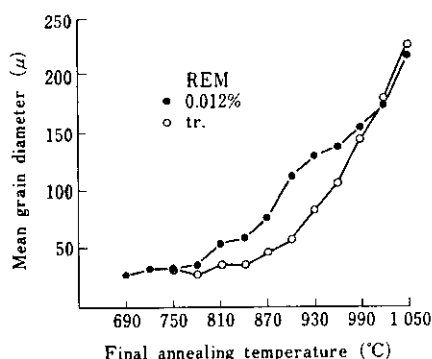


Fig. 3 Effect of REM on final annealing temperature dependence of normal grain growth

がほとんどなく粒成長が抑制されているが、870°C以上になるとかなり急速な粒成長が見られる。一方、0.012%のREMを含む試料は、約60°C低い810°Cから粒成長がさかんになり、900°CではREM無添加材の約2倍の粒径が得られる。1000°Cに達すると両者の粒径はほぼ等しくなり、微細な硫化物の凝集等によりその粒成長抑制力が失われることを示唆している。つまりREMが正常粒成長を促進する焼鈍温度範囲は、珪素鋼板の連続焼鈍に多用される800~1000°Cであることがわかる。

Photo. 2の電顕写真によれば、REMを含まないAには0.1μ以下の析出物が多数認められるのに対し、REM添加のBには0.1μの大きな析出物がわずかに認められるのみである。

また、この大きな析出物をX線マイクロアナライザーで分析すると、Fig. 4に示すようにSは酸素、AlやREMとともに凝集していることがわかった。Fig. 2においてREMを含まないAのS量は0.004%で、REMを添加したBの0.005%より低いことから、REM添加の効果は脱硫によるものでなく、REMが固溶温度の高い大きな硫化物を形成し、粒成長を抑制する微細な析出物の生成を防止していると結論される。

2・2 集合組織の改善⁵⁾

無方向性といっても結晶方位がまったくランダムで、単に結晶粒径が大きいただけでは優れた磁気特性を示さない。圧延面に平行に容易磁化軸の〔001〕方向

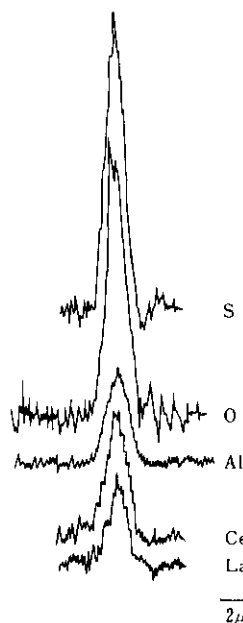


Fig. 4 Line analysis of coarse precipitate in Si-steel containing REM

が多く含まれることが望ましく、そのためには(100)面が圧延面に平行な、いわゆる面内無方向性が理想的である。次いで(110)面も圧延面に平行な〔001〕軸を比較的多くもつため磁気特性の向上に有効であるが、容易磁化軸を含まない(111)面や、磁化され難い〔111〕軸を含み容易磁化軸を含まない(112)面は少ない方が望ましい。以上の観点より、中間焼鈍条件および第2次冷延圧下率の影響を検討した。REM添加により、結晶粒成長性の改善された前述の熱間圧延板Bを次の工程で処理し、集合組織および磁気特性を調べた。

熱間圧延板→第1回冷間圧延(82~42%)→中間焼鈍(850°, 950°C×4min)→第2回冷間圧延(0.35mm)→短時間仕上焼鈍(950°C×4min)

仕上焼鈍後の(200)面、(110)面、(222)面および(211)面のX線反射強度をFig. 5に示す。それによれば、(110)面強度は中間焼鈍温度が高温の方が常に大きく、ある2次冷延率のとき極大となる。(200)面は圧下率とともに強くなるが、圧下率40%以上になると中間焼鈍が高温のものの方が高い値を示す。一方、磁気特性に不利な(222)面および(211)面は中間焼鈍が高温の方が常に低く、特に中間焼鈍が低温の場合、2次冷延率が30%

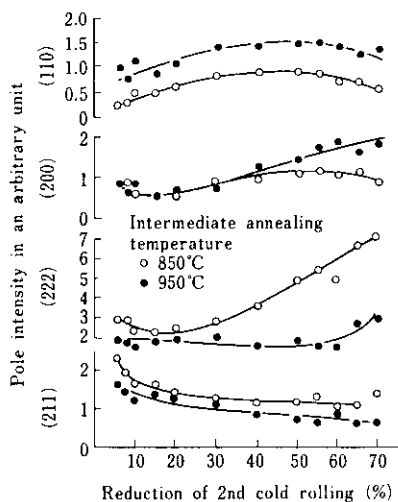


Fig. 5 Influences of intermediate annealing temperature and 2nd cold rolling reduction on pole intensity after final annealing

を越えると急激に(222)面が増加するのに対して、中間焼鈍が高温の場合は、2次冷延率が60%までほとんど増加していない。以上の結果より、適当な2次冷延率と高温中間焼鈍の組合せによ

り磁気特性が優れた製品が得られると予測される。中間焼鈍条件の影響を詳細に調べるために、2次冷延率を50%に固定し、中間焼鈍を800°~1000°C、50°C間隔で各4min処理した。各々の場合の中間焼鈍後および仕上焼鈍後の(200)極点図をFig. 6に示す。中間焼鈍温度が850°Cの場合は、中間焼鈍後の(111)面の集積が弱く、仕上焼鈍後の(111)面はFig. 5から推定できるように強い。中間焼鈍温度900°Cでは中間焼鈍後に(111)面があらわれはじめ、仕上焼鈍後には(110)[001]近傍の集積があらわれてくる。中間焼鈍温度950°Cの場合は(111)面がさらに強くなり、仕上焼鈍後は(111)面はほとんど消え、(100)[001]が圧延方向に平行な[001]軸のまわりに回転した $(hk0)[001]$ という特異な集積組織となっている。中間焼鈍が1000°Cの場合は、結晶粒の粗大化のため上下の対称性がなくなっているが、中間焼鈍後の(111)面はさらに強くなり、仕上焼鈍後は $(hk0)[001]$ のうち(110)[001]近傍の集積が再び強くなっている。しかし中間焼鈍900°Cのものに比べ(111)面が弱くなっており、特性は優れていると推定される。また中間焼鈍900°Cの場合でも長時間、たとえば

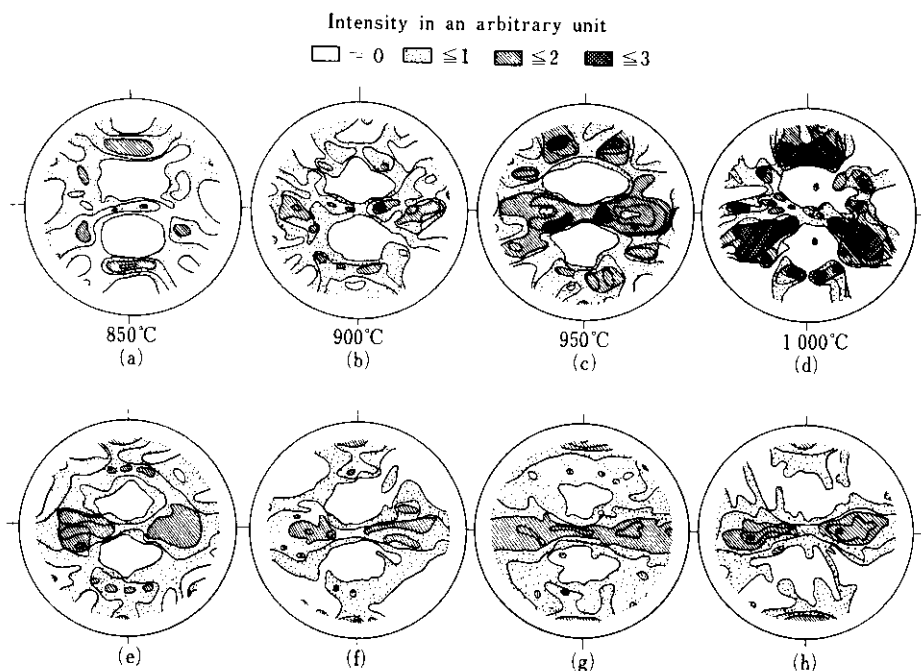


Fig. 6 (200) pole figures after intermediate annealing (a)~(d) and final annealing preceded by 50% cold reduction (e)~(h)

10h 焼鈍すると中間焼鈍後の(111)面が増加し、仕上焼鈍後は(hk0)〔001〕があらわれる。

以上の結果のうち、(hk0)〔001〕集合組織が最も良い磁気特性を示すことが期待される。

この工程で得た試料を積層して、圧延方向に直角な断面で(200)極点図を測定した結果を Fig. 7 に示す。Fig. 6 から予測されるとおり、測定面、すなわち圧延直角断面からみて{100}〈0vw〉の集合組織となっている。

3. 磁気特性

このようにして得られた新製品の代表的な磁気特性を Table 2 に、JIS 規格および主要諸外国の最高規格を Table 3 に示す。現在わが国の S-09 は最も優れた品質であるが、この新製品はさらにもう 1 グレード高級であるといえる。

その鉄損曲線、直流磁化曲線および励磁実効 VA 曲線を Fig. 8~10 に示す。S-09 の規格値と比較すると、磁束密度 B_{50} は約 7% 高く、1.5T における鉄損は約 12% 低い。

したがって、この新製品を回転機鉄心に使用すれば、鉄心の小型化とともに鉄損の減少が期待される。

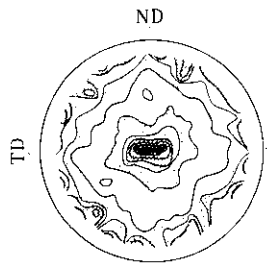


Fig. 7 (200) pole figure of specimen (g) in Fig. 6 taken on the cross section normal to the rolling direction

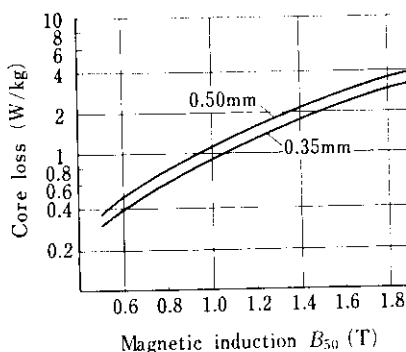


Fig. 8 Core loss curves of the new steel

Table 2 Typical magnetic properties of the new product

Thickness (mm)	Assumed density (g/cm ³)	Core loss (W/kg)		Magnetic induction (T)			
		$W_{10/50}$	$W_{15/50}$	B_{10}	B_{25}	B_{50}	B_{100}
0.35	7.65	0.92	2.12	1.49	1.59	1.69	1.80
0.50	7.65	1.12	2.51	1.49	1.60	1.69	1.81

Table 3 Standards for highest grades of non-oriented silicon steel in the world

	Thick- ness (mm)	JIS C 2552		U.S.A.	West Germany	France	United Kingdom	U.S.S.R.
		S-10	S-09	AISI	DIN	NF	BS	GOST
$W_{15/50}$	0.35	2.65	2.40	2.53*	2.70	2.70	2.50	—
	0.50	3.10	2.90	2.93**	3.30	3.10	3.55	3.40
B_{50}	0.35	1.59	1.58	—	—	—	—	—
	0.50	—	—	—	—	—	—	—

* Thickness 0.36mm

** Thickness 0.47mm

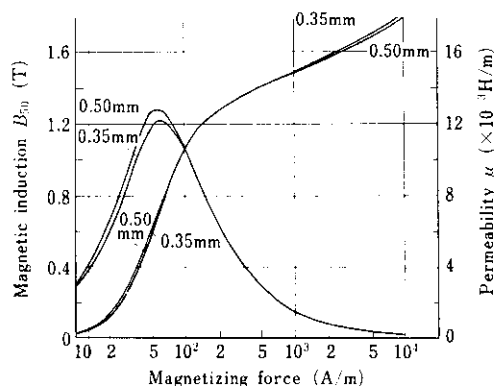


Fig. 9 D. C. magnetization and D. C. permeability curves of the new steel

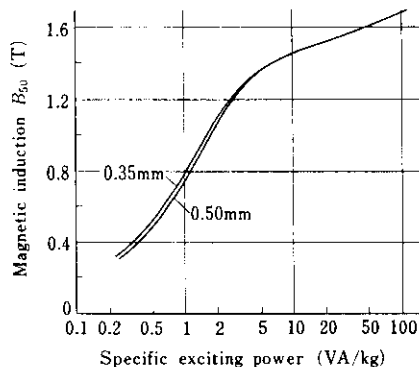


Fig. 10 Exciting power curves of the new steel

高級無方向性珪素鋼板の主な用途は水車発電機およびタービン発電機の鉄心であるが、大型2極タービン発電機の固定子においては Fig. 11 に示すように円周方向の磁束分布が高いので、方向性珪素鋼板をその圧延方向が円周方向に一致するようなセグメントに打抜いて使用されることが多い。この場合、歯部と背部の面積比は約 1:5 であるが、歯部は磁束密度が約 1.9T 以上と非常に高いうえに、方向性珪素鋼板の C 方向は磁化特性が L 方向に比べて著しく悪いので、消費される鉄損の比は 1:2 から 1:1 に達することもある。また NS 間で強い磁氣的吸引力が生じ、使用中に鉄心に楕円振動が起こる。この振幅は鉄心の重量と剛性に支配される⁶⁾ので、鉄損や磁化特性に余裕のあるにもかかわらず、剛性を上げるために鉄心背部の寸法を大きくすることもあるといわれている⁷⁾。

板厚 0.35mm の新製品と方向性珪素鋼板 RG-10 の磁気特性を比較するため、両者を 800°C、1h の歪取焼鈍を行って測定した磁気特性およびヤング率

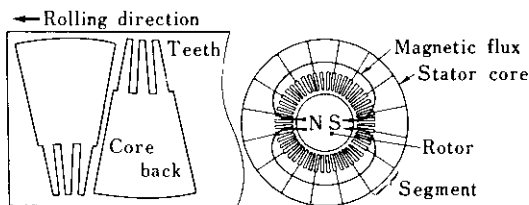


Fig. 11 Punching of stator core and flow of magnetic flux in a two pole turbo-generator

を Table 4 に示す。それによれば、新製品は RG-10 に比べて L+C の磁束密度は約 2% 低い、鉄損も約 14% 低く、圧延方向のヤング率は約 30% 高いので、従来方向性珪素鋼板が使用されていた 2 極タービン発電機にも有利に使用し得ると考えられる。

Table 4 Comparison of the new product with RG-10 in terms of magnetic properties, and Young's modulus

	Core loss $W_{15/50}$ (W/kg)			Magnetic induction B_{50} (T)			Young's modulus ($\times 10^4$ kg/mm ²)	
	L	C	L+C	L	C	L+C	L	C
The new product	1.61	2.25	1.93	1.75	1.63	1.69	1.7	1.8
RG-10	1.05	3.46	2.23	1.93	1.53	1.73	1.3	2.0

4. む す び

当社が研究開発した、S-09より低い鉄損を持ち磁束密度の高い高級無方向性珪素鋼板の新製品は、次のような方法で製造される。

- (1) 微量の希土類元素を添加して鋼中のSを固溶温度の高い希土類元素の硫化物に転換することにより、再結晶粒の正常粒成長を阻害する微細析出物の生成を防止した。
- (2) 2回冷延—連続焼鈍仕上工程を採用し、中間焼鈍条件と2次冷延率の再結晶集合組織に与え

る影響を調べ、(111)面強度を増加させることなく(110)および(200)面強度を向上させた。

このようにして得られた新製品は(hk0)[001]を主方位とする特異な集合組織と優れた磁気特性を持ち、この新製品を回転機鉄心に使用すれば鉄心の小型化および低鉄損化が期待される。さらに方向性珪素鋼板と比較すると、L+Cの鉄損は低く、圧延方向のヤング率が約30%高いので、2極構造の大型タービン発電機の鉄心材料として適していると考えられる。

なお、本開発にあたっては、千葉製鉄所および珪合工場の関係部課の協力を得た。

参 考 文 献

- 1) 松村，鶴岡：日本金属学会誌，38 (1974) 8, 708
- 2) 特開昭51-62115号公報，(川崎製鉄株)
- 3) 松村，入江，中村，荘野，飯田：鉄と鋼，63 (1977) 4, S245
- 4) 特開昭52-156124号公報，(川崎製鉄株)
- 5) 特開昭51-151215号公報，(川崎製鉄株)
- 6) J. G. Steel : IEEE Trans. Magn., Mag-10 (1974) 2, 151
- 7) 古山：電気学会全国大会，(1971)，S6-2 (iii)