

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2012年3月15日(15.03.2012)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 2012/032792 A1

- (51) 国際特許分類:  
C22C 38/00 (2006.01) H01F 1/16 (2006.01)  
C21D 8/12 (2006.01) C22C 38/60 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2011/005103
- (22) 国際出願日: 2011年9月9日(09.09.2011)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:  
特願 2010-203425 2010年9月10日(10.09.2010) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): JFEスチール株式会社(JFE STEEL CORPORATION) [JP/JP]; 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 大村 健 (OMURA, Takeshi) [JP/JP]; 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 JFEスチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 井上 博貴 (INOUE, Hirotaka) [JP/JP]; 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 JFEスチール

株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 山口 広 (YAMAGUCHI, Hiroi) [JP/JP]; 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 JFEスチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 岡部 誠司 (OKABE, Seiji) [JP/JP]; 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 JFEスチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 早川 康之 (HAYAKAWA, Yasuyuki) [JP/JP]; 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 JFEスチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP).

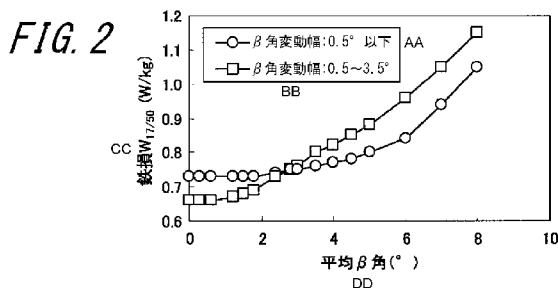
- (74) 代理人: 杉村 憲司 (SUGIMURA, Kenji); 〒1000013 東京都千代田区霞が関三丁目2番1号 霞が関コモンゲート西館36階 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM,

[続葉有]

(54) Title: GRAIN-ORIENTED MAGNETIC STEEL SHEET AND PROCESS FOR PRODUCING SAME

(54) 発明の名称: 方向性電磁鋼板およびその製造方法

[図2]



AA... WIDTH OF β-ANGLE FLUCTUATIONS, 0.5° OR LESS  
 BB... WIDTH OF β-ANGLE FLUCTUATIONS, 0.5-3.5°  
 CC... IRON LOSS W<sub>17/50</sub> (W/kg)  
 DD... AVERAGE β ANGLE (°)

(57) Abstract: A grain-oriented magnetic steel sheet having linear grooves for magnetic domain refinement which have been formed in a surface of the steel sheet is produced in accordance with the present invention so that the proportion of linear grooves under which crystal grains having a deviation in orientation from the Goss orientation of 10° or more and having a grain diameter of 5 μm or more are present is regulated to 20% or less, and that the crystal grains formed by secondary recrystallization are regulated so as to have an average β angle of 2.0° or less and the crystal grains formed by secondary recrystallization which have a grain diameter of 10 mm or more are regulated so as to have an average width of β-angle fluctuations of 1-4°. Due to the formation of the linear grooves for magnetic domain refinement, a grain-oriented magnetic steel sheet reduced in iron loss can be obtained.

(57) 要約: 本発明に従い、鋼板表面に、磁区細分化用の線状溝を有する方向性電磁鋼板において、該線状溝直下に、ゴス方位から 10° 以上の方角で、かつ粒径が 5 μm 以上の結晶粒が存在している線状溝の比率を 20% 以下とし、さらに、二次再結晶粒の平均 β 角を 2.0° 以下、かつ粒径が 10mm 以上の二次再結晶粒内の β 角変動幅平均値を 1 ~ 4 ° の範囲に制御することによって、磁区細分化用の線状溝の形成によって鉄損を低減した方向性電磁鋼板を得ることができる。



WO 2012/032792 A1



ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US,  
UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT,  
NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI  
(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR,  
NE, SN, TD, TG).

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保  
護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW,  
MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア  
(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ  
(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR,

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

## 明 細 書

発明の名称：方向性電磁鋼板およびその製造方法

### 技術分野

[0001] 本発明は、トランスなどの鉄心材料に用いる方向性電磁鋼板およびその製造方法に関するものである。

### 背景技術

[0002] 方向性電磁鋼板は、主にトランスの鉄心として利用され、その磁化特性が優れていること、特に鉄損が低いことが求められている。

そのためには、鋼板中の二次再結晶粒を、(110)[001]方位（いわゆる、ゴス方位）に高度に揃えることや、製品鋼板中の不純物を低減することが重要である。しかしながら、結晶方位の制御や、不純物を低減することは、製造コストとの兼ね合い等で限界がある。そこで、鋼板の表面に対して物理的な手法で不均一歪を導入し、磁区の幅を細分化して鉄損を低減する技術、すなわち磁区細分化技術が開発されている。

[0003] 例えば、特許文献1には、最終製品板にレーザを照射し、鋼板表層に高転位密度領域を導入し、磁区幅を狭くすることで、鋼板の鉄損を低減する技術が提案されている。

また、特許文献2には、仕上げ焼鈍済みの鋼板に対して、882~2156 MPa（90~220 kgf/mm<sup>2</sup>）の荷重で地鉄部分に深さ：5 μm超の溝を形成したのち、750℃以上の温度で加熱処理することにより、磁区を細分化する技術が提案されている。

上記のような磁区細分化技術の開発により、鉄損特性が良好な方向性電磁鋼板が得られるようになってきている。

### 先行技術文献

#### 特許文献

[0004] 特許文献1：特公昭57-2252号公報

特許文献2：特公昭62-53579号公報

特許文献3：特開平7-268474号公報

## 発明の概要

### 発明が解決しようとする課題

[0005] しかしながら、上述した溝形成により磁区細分化処理を施す技術の中でも、特に、電解エッチング法により線状溝形成を行い磁区細分化処理を施す技術においては、レーザー照射などによる高転位密度域を導入する磁区細分化技術に比べて、必ずしも十分な鉄損低減効果が得られるとは限らなかった。

[0006] 本発明は、上記の現状に鑑み開発されたもので、電解エッチング法により磁区細分化用の線状溝を形成した場合の鉄損低減効果を向上させた方向性電磁鋼板を、その有利な製造方法と共に提供することを目的とする。

### 課題を解決するための手段

[0007] 発明者らは、上記した問題を解決すべく鋭意検討を重ねた。その結果、電解エッチング法での線状溝の形成によって磁区細分化処理を行う場合に、二次再結晶粒の平均 $\beta$ 角が $2.0^\circ$ 以下であると、処理前の磁区幅が大きすぎて効果的な磁区細分化が達成されずに、十分な鉄損改善が望めないことが判明した。

[0008] そこで発明者らは、さらに検討を重ねた。

その結果、二次再結晶粒の平均 $\beta$ 角が $2.0^\circ$ 以下であっても、

(a) 磁区細分化用の線状溝の直下における微細粒の方位と粒径とを所定の範囲に規定し、その規定した微細粒が存在している線状溝の比率(溝頻度ともいう)を所定の値とすると共に、

(b) 二次再結晶粒内の $\beta$ 角の変動幅(一つの結晶粒内の $\beta$ 角の最大値から最小値を引いたもの)を所定の範囲に制御する

ことにより、十分に鋼板の磁区が細分化され、安定して鉄損改善量が大きい方向性電磁鋼板が得られることを見出した。

本発明は上記知見に立脚するものである。

[0009] すなわち、本発明の要旨構成は次のとおりである。

1. 鋼板表面にフォルステライト被膜および張力コーティングをそなえ、

かつ該鋼板表面に磁区細分化用の線状溝を有する方向性電磁鋼板であって、  
該線状溝の直下に、ゴス方位から $10^\circ$ 以上の方位差で、かつ粒径が $5\mu\text{m}$ 以上の結晶粒が存在している線状溝の比率が20%以下で、  
二次再結晶粒の平均 $\beta$ 角が $2.0^\circ$ 以下で、かつ粒径が $10\text{mm}$ 以上の二次再結晶粒内の $\beta$ 角変動幅平均値が $1\sim 4^\circ$ の範囲である方向性電磁鋼板。

[0010] 2. 方向性電磁鋼板用スラブを、熱間圧延し、ついで必要に応じて熱延板焼鈍を施したのち、1回または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延を施して、最終板厚に仕上げ、ついで脱炭焼鈍を施し、鋼板表面にMgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布してから、最終仕上げ焼鈍を行ったのち、張力コーティングを施す方向性電磁鋼板の製造方法において、

(1) フォルステライト被膜が形成される上記最終仕上げ焼鈍前に、電解エッチング法により、鋼板の幅方向に線状溝を形成する、

(2) 上記熱延板焼鈍時の冷却過程において、少なくとも $750\sim 350^\circ\text{C}$ の温度域の平均冷却速度を $40^\circ\text{C}/\text{s}$ 以上とする、

(3) 上記脱炭焼鈍の昇温過程において、少なくとも $500\sim 700^\circ\text{C}$ の温度域の平均昇温速度を $50^\circ\text{C}/\text{s}$ 以上とする、

(4) 上記最終仕上げ焼鈍をコイル状で行い、該コイルの径を $500\sim 1500\text{mm}$ の範囲とする

方向性電磁鋼板の製造方法。

### 発明の効果

[0011] 本発明によれば、電解エッチング法により線状溝を形成する磁区細分化処理を施す場合に、従来に比べて鉄損低減効果が大きい方向性電磁鋼板を得ることができる。

### 図面の簡単な説明

[0012] [図1]結晶粒内の平均 $\beta$ 角と磁区幅との関係を、結晶粒内 $\beta$ 角の変動幅をパラメータとして示したグラフである。

[図2]線状溝形成による磁区細分化処理を施した鋼板における、平均 $\beta$ 角と鉄損値 $W_{17/50}$ との関係を、結晶粒内 $\beta$ 角の変動幅をパラメータとして示したグラ

フである。

[図3]歪導入による磁区細分化処理を施した鋼板における、平均 $\beta$ 角と鉄損値 $W_{17/50}$ との関係を、結晶粒内 $\beta$ 角の変動幅をパラメータとして示したグラフである。

### 発明を実施するための形態

[0013] 以下、本発明について具体的に説明する。

本発明における線状溝（以下、単に溝ともいう）の形成手法は、電解エッチング法を用いる。というのは、他にも機械的手法（突起ロールやけがき）による溝形成法があるが、この手法では、鋼板表面の凹凸が増大するために、例えば、トランスを作製した際に、鋼板の占積率の低下を招く不利がある。

また、溝形成に、機械的手法を用いた場合、その後、鋼板の歪みを開放する焼鈍を行う必要があるが、その焼鈍によって、溝直下に方位の悪い微細粒が多く形成されてしまい、溝直下に所定の微細粒が存在する溝の比率を制御することが困難となるからである。

[0014] 溝頻度：20%以下

本発明では、溝直下の微細粒の中で、ゴス方位から $10^\circ$ 以上の方位差で、かつ粒径が $5\mu\text{m}$ 以上の結晶粒を対象とし、この結晶粒が溝直下に存在する線状溝の比率（以下、溝頻度ともいう）が重要である。本発明では、この溝頻度を20%以下とする。

というのは、本発明で、鋼板の鉄損特性を改善するためには、溝形成部の直下にゴス方位からのずれが大きい微細粒をなるべく存在させないことが重要だからである。

[0015] ここに、特許文献2や特許文献3では溝直下に微細粒が存在する場合、鋼板の鉄損がより改善すると述べられている。しかしながら、発明者らの検討によれば、方位の悪い微細粒の存在は、むしろ鉄損劣化の要因となるため、できる限りその存在を低減する必要があることが判明した。

また、さらに溝直下に微細粒が存在する鋼板を詳細に調査したところ、上

述したように、溝頻度が20%以下の鋼板における鉄損特性が良好であった。従って、本発明の溝頻度は前述したとおり20%以下とする。

[0016] 本発明において、上記した範囲以外の微細粒、すなわち、5  $\mu\text{m}$ 以下の超微細粒や、5  $\mu\text{m}$ 以上でもゴス方位からのずれが $10^\circ$ 未満である結晶方位が良好な微細粒は、鉄損特性に好影響も悪影響も及ぼさないもので、存在していても問題はない。なお、粒径の上限は、300  $\mu\text{m}$ 程度である。粒径がこのサイズ以上になると、素材鉄損も劣化するので、微細粒を有する溝頻度をある程度低減しても実機鉄損を改善する効果が乏しくなるからである。

[0017] なお、本発明における微細粒の結晶粒径、結晶方位差および溝頻度の求め方は、次のとおりである。

微細粒の結晶粒径は、溝部に直交する方向での断面観察を100箇所行い、微細粒が存在した場合は円相当径にて結晶粒径を求める。また、結晶方位差は、EBSP(Electron BackScattering Pattern)を用いて溝底部の結晶の結晶方位を測定し、ゴス方位からのずれ角として求める。

さらに、本発明における溝頻度とは、上記の100箇所の測定箇所の内、本発明で規定する結晶粒が存在した溝を100で割った比率を意味する。

[0018] 次に、二次再結晶粒の平均 $\beta$ 角（以下、単に平均 $\beta$ 角という）および二次再結晶粒内における粒内 $\beta$ 角の変動幅（以下、単に $\beta$ 角変動幅という）が種々に異なる方向性電磁鋼板の磁区幅および鉄損について調査した（平均 $\beta$ 角が $0.5^\circ$ 以下と平均 $\beta$ 角が $2.5\sim 3.5^\circ$ の範囲のサンプルを評価した、また評価したサンプルは、全て平均 $\alpha$ 角が $2.8\sim 3.2^\circ$ の範囲内であり、 $\alpha$ 角はほぼ同レベルであった）。

磁区細分化処理前の平均 $\beta$ 角と磁区幅の関係を、図1に示す。

[0019] 同図に示したとおり、 $\beta$ 角変動幅が少ない場合には、平均 $\beta$ 角が $2^\circ$ 以下になると、磁区幅が大きく増加している。一方、 $\beta$ 角変動幅が大きい場合には、平均 $\beta$ 角が $2^\circ$ 以下における磁区幅の増大がほとんど観察されなかった。これは、 $\beta$ 角変動幅が大きい場合、二次再結晶粒内の一部に存在している $\beta$ 角が大きい部分すなわち磁区幅が小さい部分が、 $\beta$ 角が小さい部分すなわ

ち磁区幅が大きい部分に対して磁氣的な影響を及ぼし、磁区幅の増大がほとんど観察されない結果になったと考えられる。

[0020] 次に、溝形成および歪み導入による磁区細分化処理後の鉄損と平均 $\beta$ 角との関係について調べた結果を、図2, 3に示す。

図3に示したとおり、歪みを鋼板に導入した場合には、平均 $\beta$ 角が小さいと、 $\beta$ 角変動幅によっては大きな鉄損差が認められなかったが、平均 $\beta$ 角が大きく、かつ $\beta$ 角変動幅も大きいと、鋼板の鉄損は大きくなる傾向にあった。

一方、溝を鋼板に形成した場合には、図2に示したとおり、平均 $\beta$ 角が小さくても、 $\beta$ 角変動幅が大きいと、良好な鉄損を示す傾向にあることが判明した。

これらの理由は、溝形成による磁区細分化処理での鉄損低減効果が元々低いため、磁区幅が広いと、十分に磁区が細分化されずに、鉄損低減効果が不十分になるためと考えられる。しかしながら、本発明では、同時に二次再結晶粒内の $\beta$ 角を変動させることで、磁区細分化処理前の磁区幅が細分化され、鋼板の鉄損が低減したものと考えられる。

[0021] その後、さらに良好な鉄損低減効果が得られる条件を調査したところ、平均 $\beta$ 角が $2.0^\circ$  以下の場合には、 $\beta$ 角変動幅の平均を $1\sim 4^\circ$  の範囲にすることが重要であることが究明された。

[0022] ここに、本発明における二次再結晶粒の結晶方位は、X線ラウエ法を用いて1mmピッチで測定し、1つの粒内の全測定点から粒内の変動幅（ $\beta$ 角変動幅に同じ）およびその結晶粒の平均結晶方位（ $\alpha$ 角、 $\beta$ 角）を求める。また、本発明では、鋼板の任意の位置の結晶粒を50個分測定して、その平均値を求めることで、その鋼板の結晶方位とする。

なお、 $\alpha$ 角とは、二次再結晶粒方位の圧延面法線方向（ND）軸における(110)[001]理想方位からのずれ角であり、 $\beta$ 角とは、二次再結晶粒方位の圧延直角方向（TD）軸における(110)[001]理想方位からのずれ角である。

ただし、 $\beta$ 角変動幅を測定する二次再結晶粒としては、粒径：10mm以上の

ものを選択することとする。具体的には、上記X線ラウエ法による結晶方位測定において、 $\alpha$ 角が一定となる範囲を1つの結晶粒と判断してその長さ（粒径）を求め、長さが10mm以上のものに対して $\beta$ 角変動幅を求めて、その平均値を求めるものとする。

[0023] 本発明における磁区幅については、ビッター法により磁区細分化処理面の磁区観察を行い求める。磁区幅についても結晶方位同様に、結晶粒50個分の磁区幅を実測し、その平均を鋼板全体の磁区幅とする。

[0024] 次に、本発明に従う方向性電磁鋼板の製造条件について具体的に説明する。

まず、本発明の重要ポイントである $\beta$ 角を変動させる方法について述べる。

$\beta$ 角の変動は、最終仕上げ焼鈍時における二次再結晶粒1個あたりの曲率や二次再結晶粒径を調整することによって制御することができる。ここに、二次再結晶粒1個あたりの曲率に影響を与える因子としては、最終仕上げ焼鈍時のコイル径が挙げられる。

すなわち、コイル径が大きいと曲率は小さくなり $\beta$ 角変動は小さくなる。他方、二次再結晶粒径については、粒径が小さいと $\beta$ 角変動も小さくなる。なお、本発明では、コイル径という場合は、コイル直径を意味する。

[0025] 但し、方向性電磁鋼板の製造時、鋼板のコイル径をある程度の変更することは可能であるが、コイル径が大きくなりすぎるとコイル変形の問題が発生し、小さくなりすぎると平坦化焼鈍での形状矯正が困難になるなど、コイル径の変更だけで $\beta$ 角変動幅の制御を行うことは制約が多く困難である。そのため、本発明では、コイル径の変更だけでなく、上述した二次再結晶粒径の制御を組み合わせる。なお、二次再結晶粒径の制御は、脱炭焼鈍時において、少なくとも500~700℃の温度域の昇温速度を調整することで制御することが可能である。

[0026] 従って、本発明では、上記コイル径と二次再結晶粒径の二つのパラメータについて、

- (1) 最終仕上げ焼鈍時のコイル径を500~1500mmの範囲とし、
- (2) 脱炭焼鈍の昇温過程において、少なくとも500~700℃の温度域の平均昇温速度を50℃/s以上とする

ことで、二次再結晶粒内の $\beta$ 角変動幅の平均を1~4°の範囲に制御する。

なお、上記平均昇温速度の上限は特に制限されないが、設備上の観点から、700℃/s程度が好ましい。

[0027] なお、コイル径を1500mm以下としたのは、コイル径が1500mmを超えると、上記したように、コイル変形の問題が発生するだけでなく、鋼板の曲率が大きくなりすぎるので、粒径：10mm以上の二次粒についての $\beta$ 角変動幅の平均値が、1°未満となってしまうおそれがあるからである。一方、コイル径を500mm以上としたのは、コイル径が500mmに満たないと、上記したように、平坦化焼鈍での形状矯正が困難になるからである。

[0028] 本発明に従う電磁鋼板は、平均 $\beta$ 角を2.0°以下にする必要があるが、平均 $\beta$ 角の制御には、熱延板焼鈍時の冷却速度および脱炭焼鈍時の昇温速度の制御による一次再結晶集合組織の改善が極めて有効である。

すなわち、熱延板焼鈍時の冷却速度を速くすると、冷却時に析出する炭化物が微細に析出し、圧延後に形成する一次再結晶集合組織を変化させることができる。

また、脱炭焼鈍時の昇温速度は、一次再結晶集合組織を変化させることができるので、二次再結晶粒径だけでなく二次再結晶粒の方位選択性も制御することができる。すなわち、昇温速度を速くすることで平均 $\beta$ 角を制御することができるのである。

具体的には、

- (1) 熱延板焼鈍時の冷却速度を、少なくとも750~350℃の温度域の平均で、40℃/s以上とする、
- (2) 脱炭焼鈍時の昇温速度を、少なくとも500~700℃の温度域の平均で、50℃/s以上とする

の2条件を満足することで、平均 $\beta$ 角を制御することができる。

なお、上記冷却速度の上限は特に制限されないが、設備上の観点から、100℃/s程度が好ましい。また、上記昇温速度の上限は前述したとおり、700℃/s程度が好ましい。

[0029] 本発明において、方向性電磁鋼板用スラブの成分組成は、磁区細分化効果の大きい二次再結晶が生じる成分組成であればよい。

また、インヒビターを利用する場合、例えばAlN系インヒビターを利用する場合であればAlおよびNを、またMnS・MnSe系インヒビターを利用する場合であればMnとSeおよび／またはSを適量含有させればよい。勿論、両インヒビターを併用してもよい。この場合におけるAl、N、SおよびSeの好適含有量はそれぞれ、Al：0.01～0.065質量%、N：0.005～0.012質量%、S：0.005～0.03質量%、Se：0.005～0.03質量%である。

[0030] さらに、本発明は、Al、N、S、Seの含有量を制限した、インヒビターを使用しない方向性電磁鋼板にも適用することができる。

この場合には、Al、N、SおよびSe量はそれぞれ、Al：100質量ppm以下、N：50質量ppm以下、S：50質量ppm以下、Se：50質量ppm以下に抑制することが好ましい。

[0031] 本発明の方向性電磁鋼板用スラブの基本成分および任意添加成分について具体的に述べると次のとおりである。

C：0.08質量%以下

Cは、熱延板組織の改善のために添加をするが、0.08質量%を超えると製造工程中に磁気時効の起こらない50質量ppm以下までCを低減することが困難になるため、0.08質量%以下とすることが好ましい。なお、下限に関しては、Cを含まない素材でも二次再結晶が可能であるので特に設ける必要はない。

[0032] Si：2.0～8.0質量%

Siは、鋼の電気抵抗を高め、鉄損を改善するのに有効な元素であるが、含有量が2.0質量%に満たないと十分な鉄損低減効果が達成できず、一方、8.0質量%を超えると加工性が著しく低下し、また磁束密度も低下するため、Si

量は2.0~8.0質量%の範囲とすることが好ましい。

[0033] Mn : 0.005~1.0質量%

Mnは、熱間加工性を良好にする上で必要な元素であるが、含有量が0.005質量%未満ではその添加効果に乏しく、一方1.0質量%を超えると製品板の磁束密度が低下するため、Mn量は0.005~1.0質量%の範囲とすることが好ましい。

[0034] 上記の基本成分以外に、磁気特性改善成分として公知である、次に述べる元素を適宜含有させることができる。

Ni : 0.03~1.50質量%、Sn : 0.01~1.50質量%、Sb : 0.005~1.50質量%、Cu : 0.03~3.0質量%、P : 0.03~0.50質量%、Mo : 0.005~0.10質量%およびCr : 0.03~1.50質量%のうちから選んだ少なくとも1種

Niは、熱延板組織を改善して磁気特性を向上させるために有用な元素である。しかしながら、含有量が0.03質量%未満では磁気特性の向上効果が小さく、一方1.50質量%を超えると二次再結晶が不安定になり磁気特性が劣化する。そのため、Ni量は0.03~1.50質量%の範囲とするのが好ましい。

[0035] また、Sn, Sb, Cu, P, MoおよびCrはそれぞれ磁気特性の向上に有用な元素であるが、いずれも上記した各成分の下限に満たないと、磁気特性の向上効果が小さく、一方、上記した各成分の上限量を超えると、二次再結晶粒の発達に阻害されるため、それぞれ上記の範囲で含有させることが好ましい。

なお、上記成分以外の残部は、製造工程において混入する不可避不純物およびFeである。

[0036] 次に、上記した成分組成を有するスラブは、常法に従い加熱して熱間圧延に供するが、鋳造後、加熱せずに直ちに熱間圧延してもよい。薄鋳片の場合には熱間圧延しても良いし、熱間圧延を省略してそのまま後の工程に進んでもよい。

[0037] さらに、必要に応じて熱延板焼鈍を施す。この時、ゴス組織を製品板において高度に発達させるためには、熱延板焼鈍温度として800~1100℃の範囲が好適である。熱延板焼鈍温度が800℃未満であると、熱間圧延でのバンド組織

が残留し、整粒した一次再結晶組織を実現することが困難になり、二次再結晶の発達に阻害される。一方、熱延板焼鈍温度が1100℃を超えると、熱延板焼鈍後の粒径が粗大化しすぎるために、整粒した一次再結晶組織の実現が極めて困難となる。

また、この熱延板焼鈍時の冷却速度を、少なくとも750~350℃の温度域の平均で、40℃/s以上とする必要があることは、前述したとおりである。

[0038] 熱延板焼鈍後は、1回または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延を施して、最終板厚に仕上げ、ついで脱炭焼鈍（再結晶焼鈍を兼用する）を施したのち、焼鈍分離剤を塗布する。焼鈍分離剤を塗布した後に、コイルに巻きとって二次再結晶およびフォスフェイト被膜の形成を目的として最終仕上げ焼鈍を施す。なお、焼鈍分離剤は、フォスフェイトを形成するためMgOを主成分とするものが好適である。ここでMgOが主成分であるとは、本発明の目的とするフォスフェイト被膜の形成を阻害しない範囲で、MgO以外の公知の焼鈍分離剤成分や特性改善成分を含有してもよいことを意味する。

ここに、この脱炭焼鈍時の昇温速度を、少なくとも500~700℃の温度域の平均で、50℃/s以上とし、コイル径を500~1500mmの範囲とする必要があることは、前述したとおりである。

[0039] 最終仕上げ焼鈍後には、平坦化焼鈍を行って形状を矯正することが有効である。なお、本発明では、平坦化焼鈍前または後に、鋼板表面に絶縁コーティングを施す。ここに、この絶縁コーティングは、本発明では、鉄損低減のために、鋼板に張力を付与できるコーティング（以下、張力コーティングという）を意味する。なお、張力コーティングとしては、シリカを含有する無機系コーティングや物理蒸着法、化学蒸着法等によるセラミックコーティング等が挙げられる。

[0040] 本発明では、上述した最終の冷間圧延後であって最終仕上げ焼鈍前のいずれかの工程で、方向性電磁鋼板の鋼板表面に、印刷等によりエッチングレジストを付着させたのち、非付着域に電解エッチング法により線状溝を形成する。その際、溝底部に存在する特定の微細粒すなわち結晶粒の頻度を制御す

ること、および二次再結晶粒の平均 $\beta$ 角と粒内 $\beta$ 角変動幅を前述のとおりに制御することで、溝形成による磁区細分化による鉄損の向上がより大きなものとなり、十分な磁区細分化効果が得られる。

[0041] 本発明で鋼板表面に形成する溝は、幅：50～300 $\mu\text{m}$ 、深さ：10～50 $\mu\text{m}$ および間隔：1.5～10.0mm程度とし、溝の圧延方向と直角方向に対するずれは $\pm 30^\circ$ 以内とすることが好ましい。なお、本発明において、「線状」とは、実線だけでなく、点線や破線なども含むものとする。

[0042] 本発明において、上述した工程や製造条件以外については、従来公知の溝を形成して磁区細分化処理を施す方向性電磁鋼板の製造方法を、適宜使用することができる。

### 実施例 1

[0043] 表1に示す成分を含有し、残部がFeおよび不可避不純物の組成からなる鋼スラブを連続鋳造にて製造し、1450 $^\circ\text{C}$ に加熱後、熱間圧延により板厚：1.8mmの熱延板としたのち、1100 $^\circ\text{C}$ で180秒の熱延板焼鈍を施した。ついで、冷間圧延によって、最終板厚：0.23mmの冷延板に仕上げた。このとき、熱延板焼鈍の冷却過程における350～750 $^\circ\text{C}$ の温度域での冷却速度を20～60 $^\circ\text{C}/\text{s}$ の範囲で変化させた。

[0044] [表1]

表1

鋼記号	成分組成(質量%、但し、C,O,N,Al,Se,Sは質量ppm)								
	C	Si	Mn	Ni	O	N	Al	Se	S
A	500	2.95	0.05	0.1	18	80	250	tr	15

[0045] その後、グラビアオフセット印刷によるエッチングレジストを塗布し、ついで電解エッチングおよびアルカリ液中でのレジスト剥離を行うことにより、幅：200 $\mu\text{m}$ 、深さ：25 $\mu\text{m}$ の線状溝を、圧延方向と直交する向きに対し7.5 $^\circ$ の傾斜角度にて4.5mm間隔で形成した。

ついで、酸化度 $P(\text{H}_2\text{O})/P(\text{H}_2) = 0.55$ 、均熱温度840 $^\circ\text{C}$ で60秒保持する脱炭焼鈍を施したのち、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布した。その後、二次再結晶、フォルスライト被膜形成および純化を目的とした最終仕上げ焼

鈍を $N_2 : H_2 = 70 : 30$ の混合雰囲気中にて $1250^\circ C$ 、 $100\text{ h}$ の条件で実施した。

上記の脱炭焼鈍時の昇温速度を $20 \sim 100^\circ C/s$ の範囲で変更し、最終仕上げ焼鈍時のコイルの内径を $300\text{ mm}$ 、外径を $1800\text{ mm}$ とした。その後、 $850^\circ C$ 、 $60$ 秒の条件で形状を整える平坦化焼鈍を行い、 $50\%$ のコロイダルシリカとリン酸マグネシウムからなる張力コーティングを付与して製品とし、磁気特性を評価した。また、比較として、溝形成を最終仕上げ焼鈍終了後に突起ロールを用いた方法で行った。溝形成条件は同じである。その後、コイルの複数の場所よりサンプルを採取し、磁気特性を評価した。なお、鋼板の長手方向に、結晶方位をRD方向に $1\text{ mm}$ 間隔でX線ラウエ法を用いて測定し、 $\alpha$ 角が一定となる条件で粒径を判断して、 $\beta$ 角の粒内変化を測定した。また、 $\beta$ 角変動幅を測定する二次再結晶粒としては、粒径： $10\text{ mm}$ 以上のものを選択することとした。

上記した鉄損等の測定結果を表2に併記する。

[0046]

[表2]

表2

No.	採取した場所 のコイル径 (mm)	溝形成方法	熱延板焼鈍時 の冷却速度 (°C/s)	脱炭焼鈍の 昇温速度 (°C/s)	平均β角 (°)	β角変動幅 平均値 (°)	溝頻度 (%)	鉄損W <sub>17/50</sub> (W/kg)	備考
1	400	電解エッチング	50	60	1.8	4.5	5	0.80	比較例
2	1000		50	60	1.2	2.2	15	0.68	発明例
3	1200		50	25	2.8	4.2	0	0.82	比較例
4	1200		25	75	2.5	2	0	0.73	比較例
5	1400		60	60	1.5	2.8	5	0.68	発明例
6	2000		60	60	0.9	0.7	10	0.73	比較例
7	600	突起ロール	70	60	1.5	2.8	50	0.73	比較例
8	1200		70	60	0.9	1.8	50	0.73	比較例
9	400	電解エッチング	50	60	1.4	4.6	10	0.80	比較例
10	800		50	60	1.2	2.7	0	0.68	発明例
11	800		25	60	2.4	1.5	0	0.72	比較例
12	800		50	30	2.4	4.2	5	0.80	比較例
13	1700		50	60	1.2	0.5	5	0.72	比較例

[0047] 同表に示したとおり、電解エッチング法による溝形成によって磁区細分化処理を施した場合にあって、本発明の適正範囲を満足する溝頻度、平均 $\beta$ 角および $\beta$ 角変動幅平均値を有している方向性電磁鋼板は、極めて良好な鉄損特性が得られた。しかしながら、溝頻度、平均 $\beta$ 角および $\beta$ 角変動幅平均値のうち、いずれか一つでも本発明の適正範囲を逸脱した方向性電磁鋼板は、その鉄損特性に劣っていた。

## 請求の範囲

[請求項1]

鋼板表面にフォルステライト被膜および張力コーティングをそなえ、かつ該鋼板表面に磁区細分化用の線状溝を有する方向性電磁鋼板であって、

該線状溝の直下に、ゴス方位から $10^\circ$ 以上の方位差で、かつ粒径が $5\mu\text{m}$ 以上の結晶粒が存在している線状溝の比率が20%以下で、

二次再結晶粒の平均 $\beta$ 角が $2.0^\circ$ 以下で、かつ粒径が10mm以上の二次再結晶粒内の $\beta$ 角変動幅平均値が $1\sim 4^\circ$ の範囲である方向性電磁鋼板。

[請求項2]

方向性電磁鋼板用スラブを、熱間圧延し、ついで必要に応じて熱延板焼鈍を施したのち、1回または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延を施して、最終板厚に仕上げ、ついで脱炭焼鈍を施し、鋼板表面にMgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布してから、最終仕上げ焼鈍を行ったのち、張力コーティングを施す方向性電磁鋼板の製造方法において、

(1) フォルステライト被膜が形成される上記最終仕上げ焼鈍前に、電解エッチング法により、鋼板の幅方向に線状溝を形成する、

(2) 上記熱延板焼鈍時の冷却過程において、少なくとも $750\sim 350^\circ\text{C}$ の温度域の平均冷却速度を $40^\circ\text{C}/\text{s}$ 以上とする、

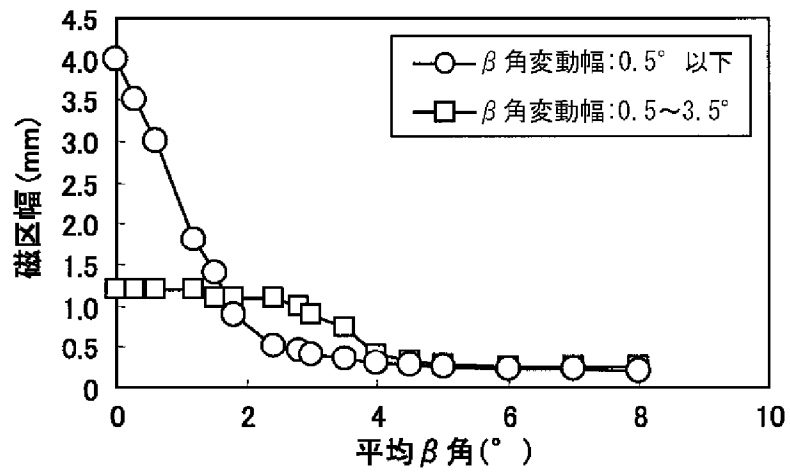
(3) 上記脱炭焼鈍の昇温過程において、少なくとも $500\sim 700^\circ\text{C}$ の温度域の平均昇温速度を $50^\circ\text{C}/\text{s}$ 以上とする、

(4) 上記最終仕上げ焼鈍をコイル状で行い、該コイルの径を $500\sim 1500\text{mm}$ の範囲とする

方向性電磁鋼板の製造方法。

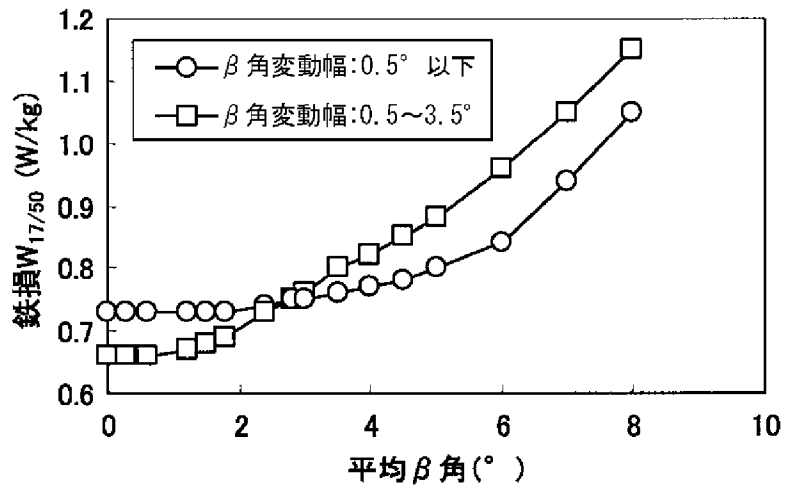
[図1]

FIG. 1



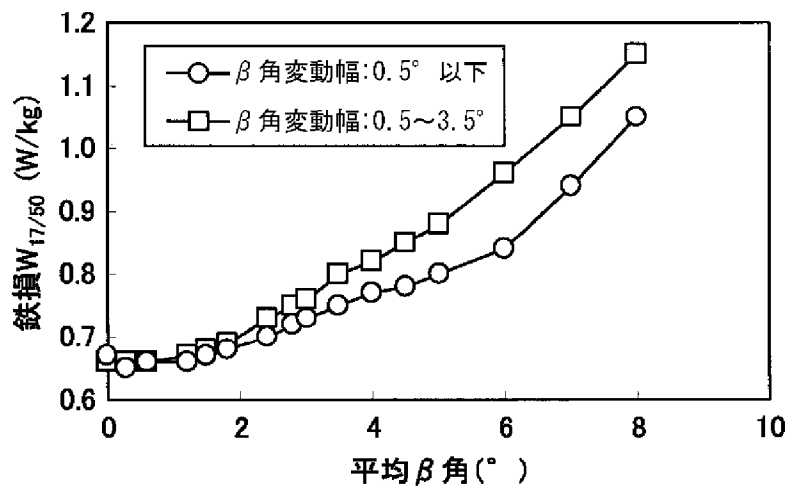
[図2]

FIG. 2



[図3]

FIG. 3



**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2011/005103

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**

C22C38/00(2006.01)i, C21D8/12(2006.01)i, H01F1/16(2006.01)i, C22C38/60(2006.01)n

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C22C38/00, C21D8/12, H01F1/16, C22C38/60

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2011
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2011	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2011

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2002-241906 A (Kawasaki Steel Corp.), 28 August 2002 (28.08.2002), claims 1 to 5; paragraphs [0030], [0054] to [0061] (Family: none)	1, 2
A	JP 2009-235471 A (JFE Steel Corp.), 15 October 2009 (15.10.2009), claims 1, 2; paragraphs [0027] to [0030] (Family: none)	1, 2
A	JP 10-280040 A (Nippon Steel Corp.), 20 October 1998 (20.10.1998), claims 1 to 3; paragraphs [0022], [0033] to [0038] (Family: none)	1, 2

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
02 December, 2011 (02.12.11)

Date of mailing of the international search report  
13 December, 2011 (13.12.11)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C22C38/00(2006.01)i, C21D8/12(2006.01)i, H01F1/16(2006.01)i, C22C38/60(2006.01)n

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C22C38/00, C21D8/12, H01F1/16, C22C38/60

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2011年
日本国実用新案登録公報	1996-2011年
日本国登録実用新案公報	1994-2011年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2002-241906 A (川崎製鉄株式会社) 2002.08.28, 【請求項 1】 - 【請求項 5】, 【0030】, 【0054】 - 【0061】 (ファミリーなし)	1, 2
A	JP 2009-235471 A (JFE スチール株式会社) 2009.10.15, 【請求項 1】, 【請求項 2】, 【0027】 - 【0030】 (ファミリーなし)	1, 2
A	JP 10-280040 A (新日本製鐵株式会社) 1998.10.20, 【請求項 1】 - 【請求項 3】, 【0022】, 【0033】 - 【0038】 (ファミリーなし)	1, 2

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

\* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの  
 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献  
 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

02.12.2011

国際調査報告の発送日

13.12.2011

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)  
 郵便番号100-8915  
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

伊藤 真明

電話番号 03-3581-1101 内線 3435

4K

3640