(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
2023年8月10日(10.08.2023)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2023/149269 A1

(51) 国際特許分類:
C22C 38/00 (2006.01) *C22C 38/60* (2006.01)
C21D 8/12 (2006.01) *H01F 1/147* (2006.01)
C22C 38/14 (2006.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2023/001969

(22) 国際出願日： 2023年1月23日(23.01.2023)

(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 2022-015256 2022年2月2日(02.02.2022) JP

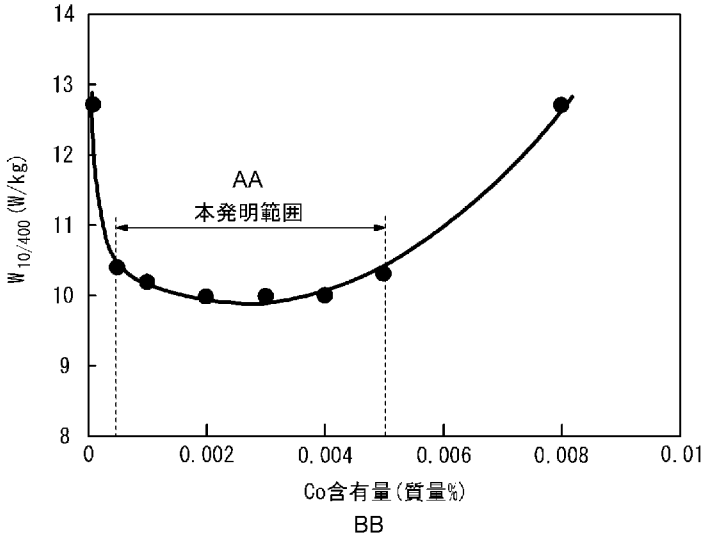
(71) 出願人: ＪＦＥスチール株式会社(**JFE STEEL CORPORATION**) [JP/JP]; 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 財前 善彰 (**ZAIZEN Yoshiaki**); 〒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). 西山 武志(**NISHIYAMA Takeshi**); 〒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). 中川 暢子(**NAKAGAWA Nobuko**); 〒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). 大久保 智幸 (**OKUBO Tomoyuki**); 〒1000011 東京都千代田

(54) **Title:** NON-ORIENTED ELECTROMAGNETIC STEEL SHEET AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME

(54) 発明の名称： 無方向性電磁鋼板およびその製造方法

[図1]



AA Present invention range
BB Co content (mass%)

(57) **Abstract:** Provided is a non-oriented electromagnetic steel sheet demonstrating low iron loss at high frequencies, without adding a large amount of an alloy element such as Cr that reduces the magnetic flux density, or reducing sheet thickness that lowers productivity. The non-oriented electromagnetic steel sheet has a prescribed component composition that includes Co at 0.0005-0.0050 mass%; includes, in the range from a surface to a depth of 1/20 the sheet thickness, N that is present in the form of AlN at no more than 0.003 mass%; has, on the surface, an oxide layer including Fe and

WO 2023/149269 A1

[続葉有]

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, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(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, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：

一 国際調査報告（条約第21条(3)）

Al and/or Si; and has, at the interface between the oxide layer and the base iron, an oxide film comprising an Al oxide and/or a Si oxide.

(57) 要約：磁束密度を低下させるＣｒ等の合金元素を多量に添加することなく、また、生産性を低下させる板厚の低減を行うことなく、高周波低鉄損の無方向性電磁鋼板を提供する。０．０００５～０．００５０質量％のＣｏを含む所定の成分組成を有し、表面から板厚の１／２０の深さまでの範囲において、ＡｌＮとして存在するＮの量が０．００３質量％以下であり、前記表面に、Ｆｅと、ＡｌおよびＳｉの一方または両方とを含有する酸化物層を有し、前記酸化物層と地鉄との間の界面に、Ａｌ酸化物およびＳｉ酸化物の一方または両方からなる酸化被膜を有する、無方向性電磁鋼板。

明　細　書

発明の名称 ： 無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、無方向性電磁鋼板（non-oriented electrical steel sheet）およびその製造方法に関する。

背景技術

[0002] 近年、地球温暖化等の環境への配慮から、省エネルギー化が求められており、自動車分野では、エンジンとモータを併用したハイブリッド電気自動車（ＨＥＶ）、電動モータのみで駆動する電気自動車（ＥＶ）および燃料電池車（ＦＣＥＶ）などの開発が進められている。これらの車両で用いられるモータは、効率を高めるため、高速回転に有利な高周波域で駆動されることが一般的である。こうしたＨＥＶやＥＶの駆動モータの鉄心材料には無方向性電磁鋼板が多く使用されており、モータの高効率化を達成するために無方向性電磁鋼板には高周波域での低鉄損化が強く求められている。

[0003] 無方向性電磁鋼板の低鉄損化は、従来、主にＳｉやＡｌ等の合金元素を添加して固有抵抗を高めることや、板厚を薄くして渦電流損を低減することなどによって行われてきた。しかし、低鉄損化のために合金元素を多量に添加すると、飽和磁束密度が低下してしまう。磁束密度の低下は、モータの銅損増加を招くため、モータ効率の低下につながる。また、無方向性電磁鋼板の板厚を薄くするためには、製造過程において、熱延鋼板の板厚を薄くしたり、冷延圧下率を高めたりする必要があるため、生産性が低下する。

[0004] そのため、高い磁束密度と、高周波域における低鉄損とを兼ね備え、かつ生産性に優れる無方向性電磁鋼板を開発することができれば、電気機器の高効率化に大いに寄与すると考えられる。

[0005] 高周波域における低鉄損を達成する方法としては、例えば、特許文献１に、１．５～２０質量％のＣｒを添加することで鋼の固有抵抗を高め、高周波域での低鉄損を達成する方法が開示されている。

[0006] 一方、無方向性電磁鋼板には、歪取焼鈍（stress relief annealing）が施される場合がある。例えば、モータのステータコア等に無方向性電磁鋼板を使用する場合、打抜加工などによりコア形状に加工した後に、加工時に導入された歪を開放するために歪取焼鈍が行われる。

[0007] そこで、例えば、特許文献２では、仕上焼鈍（final annealing）の後にスキンパス圧延し、次いで歪取焼鈍することにより歪取焼鈍後の磁気特性を向上させる技術が提案されている。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1：特開平１１－３４３５４４号公報

特許文献2：特開２００６－２６５７２０号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] しかし、Ｃｒは飽和磁束密度を低下させる元素であるため、多量のＣｒの添加を必要とする特許文献１に開示の技術では、高磁束密度と高周波低鉄損を両立させることができない。

[0010] また、特許文献２で提案されている技術では、追加的にスキンパス圧延を行う必要があるため、生産性が低下し、製造コストの上昇を招く。

[0011] 本発明は、上記の実状に鑑みてなされたものであり、磁束密度を低下させるＣｒ等の合金元素を多量に添加することなく、また、生産性を低下させるスキンパス圧延を行うことなく、高周波域における鉄損が低減された無方向性電磁鋼板を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0012] 本発明者らは、上記課題の解決に向け、無方向性電磁鋼板の磁気特性に及ぼす表面状態の影響に着目して鋭意検討を重ねた。その結果、鋼中に含まれるＣｏの含有量を所定の範囲に制御した上で、仕上焼鈍後、歪取焼鈍前の鋼板に酸処理を行って表層の窒素量を所定の範囲に制御することで、磁束密度

の低下を招くことなく、鉄損を低減できることを見出した。

[0013] 本発明は、上記知見に基づいて完成されたものであり、その要旨は以下の通りである。

[0014] １．質量％で、

Ｃ　：０．００５０％以下、

Ｓｉ：２．０～６．５％、

Ｍｎ：０．０５～２．０％、

Ｐ　：０．１０％以下、

Ｓ　：０．００５０％以下、

Ａｌ：０．３～３．０％、

Ｎ　：０．００５０％以下、

Ｃｏ：０．０００５～０．００５０％、

Ｔｉ：０．００３０％以下、

Ｎｂ：０．００３０％以下、および

Ｏ　：０．００５０％以下を含有し、

残部がＦｅおよび不可避不純物からなる成分組成を有し、

少なくとも一方の表面において、前記表面から板厚の１／２０の深さまでの範囲において、ＡｌＮとして存在するＮの量が０．００３質量％以下であり、

前記表面に、Ｆｅと、ＡｌおよびＳｉの一方または両方とを含有する酸化物層を有し、

前記酸化物層と地鉄との間の界面に、Ａｌ酸化物およびＳｉ酸化物の一方または両方からなる酸化被膜を有する、無方向性電磁鋼板。

[0015] ２．前記成分組成が、さらに、質量％で、下記Ａ群～Ｆ群の内、１群以上を含有する、上記１に記載の無方向性電磁鋼板。

Ａ群：Ｓｎ：０．００５～０．２０％、およびＳｂ：０．００５～０．２０％の一方または両方

Ｂ群：Ｃａ、Ｍｇ、およびＲＥＭからなる群より選択される少なくとも１つ

を、合計で０．０００５～０．０２０％

Ｃ群：Ｃｕ、Ｃｒ、およびＮｉからなる群より選択される少なくとも１つを、合計で０．０３～１．０％

Ｄ群：ＧｅおよびＧａの一方または両方を、合計で０．０００５～０．０１％

Ｅ群：Ｚｎ：０．００１～０．０５％

Ｆ群：ＭｏおよびＷの一方または両方を、合計で０．００１～０．０５％

[0016] ３．質量％で、

Ｃ　：０．００５０％以下、

Ｓｉ：２．０～６．５％、

Ｍｎ：０．０５～２．０％、

Ｐ　：０．１０％以下、

Ｓ　：０．００５０％以下、

Ａｌ：０．３～３．０％、

Ｎ　：０．００５０％以下、

Ｃｏ：０．０００５～０．００５０％、

Ｔｉ：０．００３０％以下、

Ｎｂ：０．００３０％以下、および

Ｏ　：０．００５０％以下を含有し、

残部がＦｅおよび不可避不純物からなる成分組成を有する鋼素材に、１回の冷間圧延または中間焼鈍を挟む２回以上の冷間圧延を施して冷延鋼板とし、

前記冷延鋼板に仕上焼鈍および歪取焼鈍を施して無方向性電磁鋼板を製造する方法であって、

前記歪取焼鈍が、均熱温度：７５０℃～９５０℃、雰囲気中の窒素含有量：５０体積％以上の条件で行われ、

前記仕上焼鈍の後、前記歪取焼鈍の前に、塩酸、リン酸、硫酸、および硝酸からなる群より選択される少なくとも１つを合計濃度３～３０重量％で含

む酸を用い、１～６０ｓｅｃ、鋼板表面に酸処理を施す、無方向性電磁鋼板の製造方法。

[0017] ４．前記冷間圧延に先だって、前記鋼素材を熱間圧延して熱延鋼板とし、

前記熱延鋼板に熱延板焼鈍を施して熱延焼鈍板とし、

前記熱延焼鈍板を前記冷間圧延に供する、上記３に記載の無方向性電磁鋼板の製造方法。

[0018] ５．前記成分組成が、さらに、質量％で、下記Ａ群～Ｆ群の内、１群以上を含有する、上記３または４に記載の無方向性電磁鋼板の製造方法。

Ａ群：Ｓｎ：０．００５～０．２０％、およびＳｂ：０．００５～０．２０％の一方または両方

Ｂ群：Ｃａ、Ｍｇ、およびＲＥＭからなる群より選択される少なくとも１つを、合計で０．０００５～０．０２０％

Ｃ群：Ｃｕ、Ｃｒ、およびＮｉからなる群より選択される少なくとも１つを、合計で０．０３～１．０％

Ｄ群：ＧｅおよびＧａの一方または両方を、合計で０．０００５～０．０１％

Ｅ群：Ｚｎ：０．００１～０．０５％

Ｆ群：ＭｏおよびＷの一方または両方を、合計で０．００１～０．０５％

発明の効果

[0019] 本発明によれば、磁束密度の低下や生産性の低下を招くことなく、高周波域における鉄損が低減された無方向性電磁鋼板を提供することができる。すなわち、本発明では、微量のＣｏの添加と、酸処理による表層の窒素量の制御によって高周波低鉄損を実現することができるため、磁束密度を低下させるＣｒ等の合金元素を多量に添加する必要が無い。また、生産性低下の原因となるスキンパス圧延を行わずとも優れた磁気特性を達成することができる。なお、スキンパス圧延を行う場合には、新たにスキンパス圧延設備を設ける必要があるのに対して、酸処理は一般的な鋼板の製造ラインに備えられている洗浄設備を利用して実施することができるため、生産性を損なわない。

図面の簡単な説明

[0020] [図1]Ｃｏ含有量と高周波鉄損（$W_{10/400}$）との相間を示すグラフである。

[図2]表層窒化量と高周波鉄損（$W_{10/400}$）との相間を示すグラフである。

[図3]酸濃度と高周波鉄損（$W_{10/400}$）との相間を示すグラフである。

[図4]酸濃度と表層窒化量との相間を示すグラフである。

[図5]酸処理時間と高周波鉄損（$W_{10/400}$）との相間を示すグラフである。

[図6]酸処理時間と表層窒化量との相間を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0021] まず、本発明を開発する契機となった実験について説明する。なお、本明細書において、含有量の単位としての「％」は、とくに断らない限り「質量％」を指すものとする。また、酸の濃度の単位は「重量％」とする。

[0022] ＜実験１＞

以下の手順でＣｏ含有量の異なる複数の無方向性電磁鋼板を作製し、得られた無方向性電磁鋼板の高周波域における鉄損を評価した。

[0023] Ｃ：０．００１９％、Ｓｉ：３．１％、Ｍｎ：０．８％、Ｐ：０．０１％、Ｓ：０．００１５％、Ａｌ：０．９％、Ｎ：０．００１８％、Ｔｉ：０．００１０％、Ｎｂ：０．０００８％およびＯ：０．００２１％と、Ｃｏを０．０００１～０．０１％の範囲で含有し、残部がＦｅおよび不可避不純物を有する鋼を真空炉で溶製し、鋳造して鋼塊とした。前記鋼塊を熱間圧延して板厚２．０ｍｍの熱延鋼板とし、前記熱延鋼板に９６０℃×３０ｓｅｃの熱延板焼鈍を施して熱延焼鈍板とした。前記熱延焼鈍板を酸洗した後、冷間圧延して最終板厚０．２５ｍｍの冷延鋼板を得た。

[0024] 得られた冷延鋼板に、体積％比でH_2：N_2＝２０：８０の雰囲気下で、８５０℃×１０ｓｅｃの仕上焼鈍を施した後、酸処理を施した。前記酸処理においては、鋼板を１０％の塩酸に１０秒間浸漬した。その後、雰囲気中の窒素含有量：１００体積％、８５０℃×２ｈｒの条件で歪取焼鈍を行い、無方向性電磁鋼板を得た。

[0025] 上記の手順で得られた無方向性電磁鋼板の、圧延方向（Ｌ方向）および幅

方向（Ｃ方向）から、幅３０ｍｍ×長さ１８０ｍｍの試験片を切り出し、前記試験片の高周波鉄損を評価した。具体的には、前記試験片の、最大磁束密度：１．０Ｔ、周波数４００Ｈｚにおける（Ｌ＋Ｃ）方向の鉄損$W_{10/400}$をエプスタイン試験にて測定した。Ｃｏ含有量と、測定した$W_{10/400}$との相間を図１に示す。

[0026] 図１に示した結果から分かるように、Ｃｏ含有量が０．０００５～０．００５０％の範囲で顕著に鉄損が低下している。

[0027] このＣｏの微量添加による鉄損低下の原因を調査するため、上記実験で作成した無方向性電磁鋼板の圧延方向断面を走査電子顕微鏡（ＳＥＭ）で観察した。その結果、Ｃｏ含有量が０．０００５～０．００５０％の範囲から外れている無方向性電磁鋼板では、鋼板の表面から板厚の１／２０の深さまでの範囲（以下、表層部という場合がある）に、微細なＡＩＮの析出が認められた。一方、Ｃｏ含有量が０．０００５～０．００５０％の範囲内である無方向性電磁鋼板では、前記表層部にＡＩＮがほとんど析出していなかった。

[0028] 一般的に、無方向性電磁鋼板の製造過程では、仕上焼鈍時に雰囲気中の窒素が鋼板内部へ拡散する結果、表層部にＡＩＮなどの窒化物が形成される（このように、窒化物が析出した表層部を窒化層という場合がある）。しかし、上記の実験結果より、Ｃｏ含有量が０．０００５～０．００５０％の範囲内である無方向性電磁鋼板では、何らかの理由により表層部における窒化物（ＡＩＮ）の量が低減され、その結果、鉄損が低下したと考えられる。

[0029] そこで、この無方向性電磁鋼板の表面から板厚の１／２０の深さまでの範囲において、ＡＩＮとして存在しているＮの濃度（以下、「表層窒化量」という）を電解抽出により分析した。測定した表層窒化量の値と、$W_{10/400}$との相間を図２に示す。

[0030] 図２に示した結果から分かるように、表層窒化量と鉄損との間には強い相関があり、特に、表層窒化量が０．００３％以下で鉄損が大きく低下している。このことから、上述したように、ＡＩＮの量が低減されることにより鉄損が低下ししていることが確認できる。そして、この表層窒化量が０．００

３％以下である鋼板は、いずれもＣｏ含有量が０．０００５～０．００５０％の範囲内であった。

[0031] さらに、鉄損低下が認められた無方向性電磁鋼板について、表面を透過型電子顕微鏡（ＴＥＭ）で観察したところ、鋼板表面にＦｅと、ＡｌおよびＳｉの一方または両方とを含有する酸化物層（oxide layer）が形成されており、さらに前記酸化物層と地鉄との間の界面には、Ａｌ酸化物およびＳｉ酸化物の一方または両方からなる酸化被膜（oxide film）が形成されていた。そして、さらに検討を行ったところ、前記酸処理によって鋼板表面に酸化物層が形成され、その後の歪取焼鈍において、前記酸化物層と地鉄との間の界面に酸化被膜が形成されることが分かった。

[0032] 上記の実験結果から、前記酸化物層と前記酸化被膜とにより歪取焼鈍時の窒化が効果的に抑制され、その結果、鉄損が低下したと考えられる。

[0033] ＜実験２＞

次に、無方向性電磁鋼板の磁気特性に及ぼす酸処理条件の影響を評価するため、様々な条件で酸処理を行い、得られた無方向性電磁鋼板の高周波鉄損を測定した。

[0034] 具体的には、まず、Ｃ：０．００２４％、Ｓｉ：３．６％、Ｍｎ：０．５％、Ｐ：０．０１％、Ｓ：０．００２１％、Ａｌ：１．０％、Ｎ：０．００２２％、Ｔｉ：０．００１１％、Ｎｂ：０．０００７％、Ｏ：０．００２０％、およびＣｏ：０．００２３％を含有し、残部がＦｅおよび不可避不純物を有する鋼を真空炉で溶製し、鋳造して鋼塊とした。前記鋼塊を熱間圧延して板厚１．８ｍｍの熱延鋼板とし、銭熱延鋼板に９８０℃×３０ｓｅｃの熱延板焼鈍を施して熱延焼鈍板とした。前記熱延焼鈍板を、酸洗した後、冷間圧延して最終板厚０．２０ｍｍの冷延鋼板を得た。

[0035] 得られた冷延鋼板に、体積％比でH_2：N_2＝１５：８５の雰囲気下で、９５０℃×１０ｓｅｃの仕上焼鈍を施した後、酸処理を施した。前記酸処理は、鋼板を塩酸に１０秒間浸漬することにより実施し、その際、使用する塩酸の濃度を１～５０％の範囲で変化させた。その後、雰囲気中の窒素含有量：

１００体積%、８００℃×２ｈｒの条件で歪取焼鈍を行い、無方向性電磁鋼板を得た。

[0036] 上記の手順で得られた無方向性電磁鋼板の、圧延方向（Ｌ方向）および幅方向（Ｃ方向）から、幅３０ｍｍ×長さ１８０ｍｍの試験片を切り出し、前記試験片の高周波鉄損（$W_{10/400}$）を評価した。具体的には、前記試験片の、最大磁束密度：１．０Ｔ、周波数４００Ｈｚにおける（Ｌ＋Ｃ）方向の鉄損$W_{10/400}$をエプスタイン試験にて測定した。また、無方向性電磁鋼板の表面から板厚の１／２０の深さまでの範囲において、ＡｌＮとして存在しているＮの濃度を、電解抽出により測定した。測定結果を図３、図４に示す。

[0037] ＜実験３＞

さらに、酸処理における塩酸の濃度を２０％とし、酸処理時間（浸漬時間）を０．５～１００ｓｅｃの範囲で変化させた点以外は上記実験２と同様の手順で無方向性電磁鋼板を作製し、高周波鉄損（$W_{10/400}$）および表層窒化量を測定した。測定結果を図５、図６に示す。

[0038] 図３～６に示した結果から分かるように、酸濃度が３～３０％かつ酸処理時間が１～６０ｓｅｃの範囲において、高周波鉄損の顕著な低下が認められた。これに対して、酸濃度が３％未満または酸処理時間が１ｓｅｃ未満では、酸処理を行ったにもかかわらず鉄損が高いままであった。これは、酸濃度が低い場合および酸処理時間が短い場合には、酸処理の効果が不十分となり、仕上焼鈍時に生じた窒化層を十分に除去できず、その結果、歪取焼鈍時に酸化被膜が形成されず窒化が進んだためであると考えられる。また、酸濃度が３０％超または酸処理時間が６０ｓｅｃ超の場合にも鉄損が高いままであった。これは、酸処理の際に鋼板表面に厚い酸化物層が形成され、その結果、歪取焼鈍時に酸化被膜が形成されず、歪取焼鈍時の窒化が進んだためであると考えられる。

[0039] 本発明は上記の知見に基づくものである。以下、本発明を実施するための形態について具体的に説明する。なお、本発明はこの実施形態に限定されるものではない。

[0040] ［成分組成］

本発明において、無方向性電磁鋼板の成分組成を上記の範囲に限定する理由について説明する。

[0041] Ｃ：０．００５０％以下

Ｃは、磁気時効により鉄損を劣化させる有害な元素である。すなわち、Ｃ含有量が過剰であると、時間の経過に伴いＣが炭化物を形成して析出し、鉄損が高くなる。そのため、Ｃ含有量は０．００５０％以下に制限する。好ましくは、０．００４０％以下である。一方、Ｃ含有量の下限は特に限定されないが、精錬工程での脱炭コストを抑制する観点からは、Ｃ含有量を０．０００１％以上とすることが好ましい。

[0042] Ｓｉ：２．０～６．５％

Ｓｉは、鋼の固有抵抗を高め、鉄損を低減する効果を有する元素である。また、Ｓｉは、固溶強化により鋼の強度を高める効果も有している。これらの効果を得るために、Ｓｉ含有量は２．０％以上、好ましくは２．５％以上とする。一方、Ｓｉ含有量が６．５％を超えると、製造時にスラブ割れが生じやすくなり、生産性が低下する。そのため、Ｓｉ含有量は６．５％以下、好ましくは６．０％以下とする。

[0043] Ｍｎ：０．０５～２．０％

Ｍｎは、Ｓｉと同様、鋼の固有抵抗を高め、鉄損を低減する効果を有する元素である。また、Ｍｎは、硫化物を形成して熱間脆性を改善する効果も有している。これらの効果を得るために、Ｍｎ含有量は０．０５％以上、好ましくは０．１％以上とする。一方、Ｍｎ含有量が２．０％を超えると、製造時にスラブ割れが生じやすくなり、生産性が低下する。そのため、Ｍｎ含有量は２．０％以下、好ましくは１．５％以下とする。

[0044] Ｐ：０．１０％以下

Ｐの過剰な添加は、冷間圧延性の悪化を招く。そのため、Ｐ含有量は０．１０％以下、好ましくは０．０５％以下とする。一方、Ｐ含有量の下限は特に限定されず、０％であってよい。しかし、Ｐは固有抵抗を高めて、渦電流

損を低減する効果が大きい元素であるため、上記の範囲内であれば任意に添加することができる。渦電流損を低減するという観点からは、Ｐ含有量を０．００１％以上とすることが好ましく、０．００３％以上とすることがより好ましい。

[0045] Ｓ：０．００５０％以下

Ｓは、硫化物となって析出物や介在物を形成し、製造性（熱間圧延性）および無方向性電磁鋼板の磁気特性を低下させる。そのため、Ｓ含有量は０．００５０％以下、好ましくは０．００３０％以下とする。一方、Ｓ含有量は低ければ低いほどよいため、下限は特に限定されず、０％であってよい。しかし、過度の低減は製造コストの上昇を招くため、Ｓ含有量は０．０００１％以上とすることが好ましく、０．０００５％以上とすることがより好ましい。

[0046] ＡｌＩ：０．３～３．０％

ＡｌＩは、Ｓｉと同様、鋼の固有抵抗を高めて、鉄損を低減する効果を有する元素である。しかし、ＡｌＩ含有量が３．０％を超えると鋼が脆化し、製造時にスラブ割れが生じやすくなる。そのため、ＡｌＩ含有量は３．０％以下、好ましくは２．０％以下、より好ましくは１．５％以下とする。一方、ＡｌＩが０．３％未満であると、微細な窒化物を形成して析出し、かえって鉄損が増大する。そのため、ＡｌＩ含有量は０．３％以上、好ましくは０．４％以上とする。

[0047] Ｎ：０．００５０％以下

Ｎは、窒化物を形成して磁気特性を劣化させる有害元素である。そのため、Ｎ含有量は０．００５０％以下、好ましくは０．００４０％以下とする。一方、Ｎ含有量は低ければ低いほどよいため、下限は特に限定されず、０％であってよい。しかし、過度の低減は製造コストの上昇を招くため、Ｎ含有量は０．０００５％以上とすることが好ましく、０．００１０％以上とすることがより好ましい。

[0048] Ｃｏ：０．０００５～０．００５０％

Ｃｏは、上述したように仕上焼鈍時の鋼板表層の窒化を抑制する効果を有する元素である。そのため、Ｃｏ含有量は０．０００５％以上、好ましくは０．００１％以上とする。一方、Ｃｏ含有量が０．００５０％を超えると、仕上焼鈍時に生じる外部酸化層（outer oxide layer）が厚くなり、酸処理による酸化物層の形成が妨げられる。そのため、Ｃｏ含有量は０．００５０％以下、好ましくは０．００４０％以下とする。

[0049] Ｔｉ：０．００３０％以下

Ｔｉは、微細な炭窒化物を形成して析出し、鉄損を増加させる有害元素である。特に、Ｔｉ含有量が０．００３０％を超えるとＴｉの悪影響が顕著となる。そのため、Ｔｉ含有量は０．００３０％以下、好ましくは０．００２０％以下とする。一方、Ｔｉ含有量は低ければ低いほどよいため、下限は特に限定されず、０％であってよい。しかし、過度の低減は製造コストの上昇を招くため、Ｔｉ含有量は０．０００１％以上とすることが好ましく、０．０００５％以上とすることがより好ましい。

[0050] Ｎｂ：０．００３０％以下

Ｎｂは、微細な炭窒化物を形成して析出し、鉄損を増加させる有害元素である。特に、Ｎｂ含有量が０．００３０％を超えるとＮｂの悪影響が顕著となる。そのため、Ｎｂ含有量は０．００３０％以下、好ましくは０．００２０％以下とする。一方、Ｎｂ含有量は低ければ低いほどよいため、下限は特に限定されず、０％であってよい。しかし、過度の低減は製造コストの上昇を招くため、Ｎｂ含有量は０．０００１％以上とすることが好ましく、０．０００５％以上とすることがより好ましい。

[0051] Ｏ：０．００５０％以下

Ｏは、酸化物を形成し、磁気特性を劣化させる有害元素である。そのため、Ｏ含有量は０．００５０％以下に制限する。好ましくは０．００４０％以下である。一方、Ｏ含有量は低ければ低いほどよいため、下限は特に限定されず、０％であってよい。しかし、過度の低減は製造コストの上昇を招くため、Ｏ含有量は０．０００５％以上とすることが好ましく、０．００１０％

以上とすることがより好ましい。

[0052] 本発明の一実施形態における無方向性電磁鋼板は、以上の成分と、残部のＦｅおよび不可避的不純物とからなる成分組成を有する。

[0053] （Ａ群）

上記成分組成は、任意に、ＳｎおよびＳｂの一方又は両方を、下記の含有量でさらに含むことができる。

[0054] Ｓｎ：０．００５～０．２０％

Ｓｎは、再結晶集合組織を改善し、磁束密度および鉄損を改善する効果を有する元素である。Ｓｎを添加する場合、上記効果を得るためにＳｎ含有量を０．００５％以上とする。一方、Ｓｎ含有量が０．２０％を超えると効果が飽和する。そのため、Ｓｎ含有量は０．２０％以下とする。

[0055] Ｓｂ：０．００５～０．２０％

Ｓｂは、Ｓｎと同様、再結晶集合組織を改善し、磁束密度および鉄損を改善する効果を有する元素である。Ｓｂを添加する場合、上記効果を得るためにＳｂ含有量を０．００５％以上とする。一方、Ｓｂ含有量が０．２０％を超えると効果が飽和する。そのため、Ｓｂ含有量は０．２０％以下とする。

[0056] （Ｂ群）

上記成分組成は、任意に、Ｃａ、Ｍｇ、およびＲＥＭ（希土類金属）からなる群より選択される少なくとも１つを、下記の含有量でさらに含むことができる。

[0057] Ｃａ、Ｍｇ、ＲＥＭ：合計０．０００５～０．０２０％

Ｃａ、Ｍｇ、およびＲＥＭは、安定な硫化物を形成し、粒成長性を改善する効果を有する成分である。Ｃａ、Ｍｇ、およびＲＥＭからなる群より選択される少なくとも１つを添加する場合、上記効果を得るためにＣａ、Ｍｇ、およびＲＥＭの合計含有量を０．０００５％以上とする。一方、前記合計含有量が０．０２０％を超えると効果が飽和する。そのため、前記合計含有量は０．０２０％以下とする。

[0058] （Ｃ群）

上記成分組成は、任意に、Ｃｕ、Ｃｒ、およびＮｉからなる群より選択される少なくとも１つを、下記の含有量でさらに含むことができる。

[0059] Ｃｕ、Ｃｒ、Ｎｉ：合計０．０３～１．０％

Ｃｕ、Ｃｒ、およびＮｉは、鋼の固有抵抗を高め、鉄損をさらに低減する効果を有する元素である。Ｃｕ、Ｃｒ、Ｎｉの少なくとも１つを添加する場合、前記効果を得るために、Ｃｕ、Ｃｒ、およびＮｉの合計含有量を０．０３％以上とする。一方、過度の添加は磁束密度を低下させる。そのため、前記合計含有量は１．０％以下とする。

[0060] （Ｄ群）

上記成分組成は、任意に、ＧｅおよびＧａの一方または両方を、下記の含有量でさらに含むことができる。

[0061] Ｇｅ、Ｇａ：合計０．０００５～０．０１％

ＧｅおよびＧａは、集合組織を改善する効果を有する元素である。ＧｅおよびＧａの一方または両方を添加する場合、前記効果を得るために、ＧｅおよびＧａの合計含有量を０．０００５％以上、好ましくは０．００２０％以上とする。一方、前記合計含有量が０．０１％を超えると上記効果が飽和し、合金コストが上昇するだけである。そのため、前記合計含有量は、０．０１％以下、好ましくは０．００５０％以下とする。

[0062] （Ｅ群）

上記成分組成は、任意に、Ｚｎを下記の含有量でさらに含むことができる。

[0063] Ｚｎ：０．００１～０．０５％

Ｚｎは、仕上焼鈍時の窒化を抑制する効果を有する元素である。Ｚｎを添加する場合、Ｚｎ含有量を０．００１％以上、好ましくは０．００２％以上とする。一方、Ｚｎ含有量が０．０５％を超えると、Ｚｎが硫化物を形成し、かえって鉄損が増加する。そのため、Ｚｎ含有量は、０．０５％以下、好ましくは０．０１％以下とする。

[0064] （Ｆ群）

上記成分組成は、任意に、ＭｏおよびWの一方または両方を、下記の含有量でさらに含むことができる。

[0065] Ｍｏ、Ｗ：合計０．００１～０．０５％

ＭｏおよびWは、高温強度を向上させる効果を有する元素であり、ＭｏおよびWの一方または両方を添加することにより、無方向性電磁鋼板の表面欠陥（ヘゲ）を抑制することができる。本発明の鋼板は、高合金鋼であり、表面が酸化され易いため、表面割れに起因するヘゲの発生率が高い。そこで、ＭｏおよびWの一方または両方を添加することにより、上記割れを抑制することができる。ＭｏおよびWの一方または両方を添加する場合、上記効果を十分に得るために、ＭｏおよびWの合計含有量を０．００１％以上、好ましくは０．００５％以上とする。一方、前記合計含有量が０．０５％を超えると上記効果が飽和し、合金コストが上昇する。そのため、前記合計含有量を０．０５％以下、好ましくは０．０２０％以下とする。

[0066] ［窒化物］

表層窒化量：０．００３％以下

上述した実験で確認したとおり、表層窒化量と高周波鉄損との間には強い相関があり、表層窒化量が０．００３％以下で鉄損が大きく低下する。そこで、本発明では、無方向性電磁鋼板の少なくとも一方の面における表層窒化量を０．００３％以下とする。一方、高周波鉄損低減の観点からは、表層窒化量は低ければ低いほどよいため、表層窒化量の下限は特に限定されず、０％であってよい。しかし、製造上の観点からは、表層窒化量は０．０００１％以上であってよく、０．０００５％以上であってもよい。なお、ここで「表層窒化量」とは、無方向性電磁鋼板の表面から板厚の１／２０の深さまでの範囲において、ＡｌＮとして存在するＮの量である。前記表層窒化量は、電解抽出分析により測定することができ、より具体的には、実施例に記載した方法で測定することができる。また、無方向性電磁鋼板の両方の面における表層窒化量が上記条件を満たすことが好ましい。

[0067] ［酸化物層］

本発明の無方向性電磁鋼板は、少なくとも一方の表面に、Ｆｅと、ＡｌおよびＳｉの一方または両方とを含有する酸化物層を有する。前記酸化物層は、後述するように仕上焼鈍後、歪取焼鈍前に酸処理することによって形成される。

[0068] 前記酸化物層は、ＦｅとＡｌを含むＦｅ－Ａｌ系酸化物層であってもよく、ＦｅとＳｉを含むＦｅ－Ｓｉ系酸化物層であってもよく、また、ＦｅとＳｉとＡｌを含むＦｅ－Ｓｉ－Ａｌ系酸化物層であってもよい。前記酸化物層中のＦｅ濃度は、とくに限定されないが、ＡｌおよびＳｉの合計濃度に対する割合として１００質量％未満であることが好ましい。前記Ｆｅは、酸化物中に固溶していてもよく、析出物または酸化物として存在していてもよい。また、前記酸化物層は、さらに任意に他の元素を含んでいてもよく、例えば、ＣｏおよびＭｎの一方または両方を含んでいてもよい。

[0069] 上記酸化物層の厚さは特に限定されないが、歪取焼鈍時の窒化をさらに抑制するという観点からは、上記酸化物層の厚さを５０ｎｍ以上とすることが好ましい。一方、酸化物層が過度に厚い場合、かえって窒化が促進されてしまうことに加え、鋼板の占積率が低下する。そのため、窒化をさらに抑制するとともに占積率を向上させるという観点からは、酸化物層の厚さを２００ｎｍ以下とすることが好ましい。前記酸化物層の厚さは、走査透過電子顕微鏡－エネルギー分散型Ｘ線分光法（ＳＴＥＭ－ＥＤＳ）により測定することができ、より具体的には、実施例に記載した方法で測定することができる。

[0070] 上記酸化物層は非晶質であっても良く、結晶相でも良く、また、非晶質と結晶質の複合酸化物でも良い。前記酸化物層に含まれる非晶質相および結晶相の合計に対する結晶相の割合は０％以上３０％以下であることが好ましく、０％以上１０％以下であることがより好ましい。前記結晶相の割合は、酸化物層を走査型透過電子顕微鏡（ＳＴＥＭ）で観察することにより測定することができる。具体的には、まず、１ｎｍ以下の分解能が得られるビーム径にて、２００万倍から１０００万倍程度の倍率でＳＴＥＭ像を取得する。得られたＳＴＥＭ像において、格子縞の確認できる領域を結晶相とし、メイズ

パターンの確認できる領域を非晶質相として、両者の面積を求める。その結果から、非晶質相および結晶相の合計面積に対する結晶相の面積の割合を算出し、パーセンテージで表したものを結晶相の有合とする。

[0071] ［酸化被膜］

本発明の無方向性電磁鋼板は、前記酸化物層と地鉄との間の界面に、ＡＩ酸化物およびＳｉ酸化物の一方または両方からなる酸化被膜を有している。言い換えると、本発明の無方向性電磁鋼板は、地鉄の表面に酸化被膜を備え、前記酸化被膜の表面に上記酸化物層を備えている。

[0072] 前記酸化被膜の厚さはとくに限定されない。しかし、上述したように、酸濃度が３～３０％かつ酸処理時間が１～６０ｓｅｃで酸処理を高周波鉄損の顕著な低下が認められた。そして、その場合における酸化被膜の厚さは１０～４０ｎｍであった。そのため、前記酸化被膜の厚さを１０ｎｍ以上、４０ｎｍ以下とすることが好ましい。

[0073] 前記酸化被膜は、単一の被膜からなるものであってもよく、複数の被膜からなるものであってもよい。例えば、前記酸化被膜は、ＡＩリッチな酸化被膜であってもよく、Ｓｉリッチな酸化被膜であってもよく、ＡＩリッチな酸化被膜とＳｉリッチな酸化被膜とが積層された多層被膜であってもよい。中でも、ＡＩリッチな酸化被膜およびＳｉリッチな酸化被膜が交互に堆積した酸化被膜であることが好ましい。

[0074] ここで、ＡＩリッチな酸化被膜とは、当該被膜におけるＡＩ濃度がＳｉ濃度よりも高い酸化被膜と定義する。前記ＡＩリッチな酸化被膜は、実質的にＡＩ酸化物からなる被膜であってもよい。同様に、Ｓｉリッチな酸化被膜とは、当該被膜におけるＳｉ濃度がＡＩ濃度よりも高い酸化被膜と定義する。前記Ｓｉリッチな酸化被膜は、実質的にＳｉ酸化物からなる被膜であってもよい。

[0075] 前記酸化被膜の被覆率はとくに限定されないが、８０％以上であることが好ましく、９０％以上であることがより好ましい。一方、前記被覆率の上限についてもとくに限定されないが、１００％であってよい。ここで、前記被

覆率は、鋼板表面に対する前記酸化被膜の被覆率である。

[0076] 前記酸化被膜の構造は、酸化物層と地鉄との間の界面をＳＴＥＭ－ＥＤＳを用いて観察することにより測定することができる。

[0077] すなわち、前記酸化被膜の厚さおよび層構造は、酸化物層と地鉄との間の界面をＳＴＥＭ－ＥＤＳを用いて観察することにより測定することができる。具体的には、酸化物層と地鉄との間の界面におけるＥＤＳ－ラインプロファイルを０．５ｎｍの間隔で取得し、得られたＡｌ、Ｓｉ、およびＯの元素分布より、前記酸化被膜の厚さおよび層構造を求める事ができる。

[0078] また、前記酸化被膜の被覆率についても、同様にＳＴＥＭ－ＥＤＳを用いて測定することができる。具体的には、まず、ＳＴＥＭ－ＥＤＳを用いて、倍率１０万倍以上にて酸化物層と地鉄との間の界面の元素分析ｍａｐを取得する。得られた元素分析ｍａｐにおけるＡｌ、Ｓｉ、およびＯの元素分布より鋼板地鉄を被覆する酸化被膜の長さを求める。得られた酸化被膜の長さを鋼板地鉄の長さで割ることにより酸化被膜の被覆率を算出する。言い換えると、ここでいう酸化被膜の被覆率とは、ＳＴＥＭ－ＥＤＳにより測定される、鋼板地鉄の長さに対する酸化被膜の長さの割合をパーセンテージで表した値である。

[0079] ［製造方法］

次に、本発明の一実施形態における無方向性電磁鋼板の製造方法について説明する。

[0080] 本発明の一実施形態では、上記した成分組成を有する鋼素材（スラブ）に対して、下記（１）～（４）の処理を順次施すことにより製造することができる。

（１）冷間圧延

（２）仕上焼鈍

（３）酸処理

（４）歪取焼鈍

[0081] また、本発明の他の実施形態では、前記冷間圧延に先だって、熱間圧延お

よび熱延板焼鈍を行うことができる。言い換えると、前記他の実施形態では、上記した成分組成を有する鋼素材（スラブ）に対して下記（１）～（６）の処理を順次施すことにより無方向性電磁鋼板を製造することができる。

（１）熱間圧延

（２）熱延板焼鈍

（３）冷間圧延

（４）仕上焼鈍

（５）酸処理

（６）歪取焼鈍

[0082] ［鋼素材］

前記鋼素材としては、上述した成分組成を有するものであれば任意の鋼素材を用いることができる。前記鋼素材としては、典型的には鋼スラブを用いることができる。

[0083] 前記鋼素材の製造方法は特に限定されず、任意の方法で製造することができる。例えば、転炉、電気炉、真空脱ガス装置などを用いた精錬プロセスで鋼を溶製し、次いで、連続鋳造法または造塊－分塊圧延法で鋼素材とすることができる。なお、直接鋳造法により製造した厚さ１００ｍｍ以下の薄鋳片を前記鋼素材として用いてもよい。

[0084] ［熱間圧延］

熱間圧延を行う場合、上記鋼素材を熱間圧延して熱延鋼板とする。前記熱間圧延の条件は特に限定されず、一般的に知られた条件で実施することができる。

[0085] 典型的には、鋼素材を加熱炉などにより再加熱した後に圧延するが、鋳造された鋼素材を、再加熱することなく直ちに熱間圧延に供してもよい。

[0086] 熱間圧延を行わない場合には、鋼素材を直接冷間圧延に供することができる。熱間圧延を省略する場合、前記鋼素材として薄鋳片を用いることが好ましい。

[0087] ［熱延板焼鈍］

熱間圧延を行った場合、得られた熱延鋼板に熱延板焼鈍を施して熱延焼鈍板とする。前記熱延板焼鈍の条件も特に限定されない。しかし、均熱温度が８００℃未満では、熱延板焼鈍の効果が小さく、十分な磁気特性改善効果が得られない場合がある。そのため、前記熱延板焼鈍における均熱温度は８００℃以上とすることが好ましく、８５０℃以上とすることがより好ましい。一方、均熱温度が１１００℃より高いと、製造コストが増加することに加え、結晶粒が粗大化することにより続く冷間圧延において脆性破壊（破断）が生じやすくなる。そのため、前記均熱温度は１１００℃以下とすることが好ましく、１０００℃以下とすることがより好ましい。

[0088] また、上記熱延板焼鈍における均熱時間は、生産性を確保する観点から、３ｍｉｎ以下とすることが好ましく、１ｍｉｎ以下とすることがより好ましい。一方、前記均熱時間の下限についてもとくに限定されないが、１ｓｅｃ以上とすることが好ましく、５ｓｅｃ以上とすることがより好ましい。

[0089] ［冷間圧延］

次に、冷間圧延を行う。熱間圧延および熱延板焼鈍を実施した場合は、前記熱延焼鈍板に冷間圧延を施して、最終板厚を有する冷延鋼板とする。一方、熱間圧延および熱延板焼鈍を実施しない場合は、鋼素材に直接冷間圧延を施して、最終板厚を有する冷延鋼板とする。前記冷間圧延は、１回のみ行ってもよく、２回以上行ってもよい。冷間圧延を２回以上行う場合は、冷間圧延の間に中間焼鈍を実施する。前記冷間圧延の条件は特に限定されず、一般的に知られた条件で実施することができる。

[0090] 前記冷間圧延における最終板厚、すなわち最終的に得られる無方向性電磁鋼板の板厚は、特に限定されず、任意の厚さとすることができる。しかし、過度に厚いと鉄損が増大するため、最終板厚は０．３５ｍｍ以下とすることが好ましい。一方、無方向性電磁鋼板が薄すぎると、冷間圧延や焼鈍などの製造過程における取り扱いが困難となる。そのため、前記最終板厚は０．１０ｍｍ以上とすることが好ましい。

[0091] ［仕上焼鈍］

上記冷間圧延によって得られた冷延鋼板に、仕上焼鈍を施す。前記仕上焼鈍の条件は特に限定されず、一般的に知られた条件で実施することができる。しかし、結晶粒径を粗大化させて鉄損をさらに低減する観点から、前記仕上焼鈍における均熱温度は７００～１２００℃とすることが好ましく、８００～１１００℃とすることがより好ましい。同様の理由から、前記仕上焼鈍における均熱時間は１～１２０ｓｅｃとすることが好ましく、５～６０ｓｅｃとすることがより好ましい。

[0092] ［酸処理］

前記仕上焼鈍の後、次の歪取焼鈍に先だって鋼板表面に酸処理を施す。歪取焼鈍の際に所望の酸化被膜を形成させて窒化を抑制するために、前記酸処理には、塩酸、リン酸、硫酸、および硝酸からなる群より選択される少なくとも１つを合計濃度３～３０％で含む酸を用いる必要がある。前記酸の合計濃度は５～２５％とすることが好ましい。また、同様の理由から、前記酸処理時間は１～６０ｓｅｃ、好ましくは２～２０ｓｅｃとする。

[0093] なお、酸処理を行った後、無方向性電磁鋼板の表面に絶縁被膜を形成することが好ましい。絶縁被膜の形成は、一般的に知られた条件で行うことができる。前記絶縁被膜としては、良好な打ち抜き性を確保するためには、樹脂を含有する有機被膜を用いることが好ましい。一方、溶接性を重視する場合には、半有機被膜または無機被膜を用いることが好ましい。

[0094] なお、モータのステータコア等では、仕上焼鈍後の鋼板を打抜加工等でコア形状に加工し、積層し、固定した後、歪取焼鈍を施して製造することがある。したがって、本発明の無方向性電磁鋼板は、仕上焼鈍後の鋼板を打抜加工等でコア形状に加工し、積層し、固定した後、歪取焼鈍を施したコア形状の鋼板も含む。

[0095] ［歪取焼鈍］

前記歪取焼鈍は、均熱温度：７５０℃～９５０℃、雰囲気中の窒素含有量：５０体積％以上の条件で行う。均熱温度が７５０℃未満では歪取焼鈍による鉄損改善効果が小さく、一方、９５０℃を超えると積層した鋼板間の絶縁

を確保することが困難となるためである。前記歪取焼鈍における均熱時間はとくに限定されないが、０．１～１０ｈｒとすることが好ましい。なお、本発明では、比較的安価な窒素ガス主体の雰囲気で歪取焼鈍しても、優れた鉄損特性を得ることができる。したがって、前記雰囲気中の窒素含有量の上限は限定されず、１００％であってよい。

[0096] また、前記歪取焼鈍における昇温速度を５０℃／ｈｒ～８００℃／ｈｒとすることで、Ｓｉリッチな酸化被膜とＡｌリッチな酸化被膜が交互に堆積した構造を有する酸化被膜を形成することができる。

実施例

[0097] 本発明の効果を確認するために、以下の手順で無方向性電磁鋼板を作製し、その磁気特性を評価した。

[0098] 表１～３に示す成分組成を有する鋼スラブを１１２０℃で３０ｍｉｎ加熱した後、熱間圧延して板厚１．９ｍｍの熱延鋼板とした。次いで、前記熱延鋼板に９７０℃×３０ｓｅｃの条件で熱延板焼鈍を施して熱延焼鈍板とした。前記熱延焼鈍板を酸洗した後、冷間圧延して表４～６に示す最終板厚の冷延鋼板とした。

[0099] その後、前記冷延鋼板に体積％比でH_2：N_2＝２０：８０の雰囲気下で、８２０℃×１０ｓｅｃの仕上焼鈍を施した後、表４～６に示した条件で酸処理を行った。前記酸処理の後、さらに表４～６に示した条件で歪取焼鈍を行い、無方向性電磁鋼板とした。

[0100] なお、Ｍｎ量が過剰である比較例Ｎｏ．１４では熱間圧延の際にスラブ割れが生じたため、製造を中断した。同様に、Ａｌ量が過剰である比較例Ｎｏ．１５、Ｓｉ量が過剰である比較例Ｎｏ．１８でも熱間圧延の際にスラブ割れが生じたため、製造を中断した。また、Ｐ量が過剰である比較例Ｎｏ．２１では、冷間圧延の際に割れが生じたため、製造を中断した。

[0101]（表層窒化量）

次に、得られた無方向性電磁鋼板から試験片を採取し、電解抽出分析して、該無方向性電磁鋼板の一方の表面から板厚の１／２０の深さまでの範囲に

おいて、ＡｌＮとして存在するＮの量（表層窒化量）を測定した。測定結果を表７～９に示す。

[0102]（酸化物層の厚さ）

また、得られた無方向性電磁鋼板の表面には、Ｆｅと、ＡｌおよびＳｉの一方または両方とを含有する酸化物層が形成されていた。前記酸化物層の厚さを、走査透過電子顕微鏡－エネルギー分散型Ｘ線分光法（ＳＴＥＭ－ＥＤＳ）により測定した。具体的には０．５ｎｍの間隔でＥＤＳ－ラインプロファイルを取得し、得られたＡｌおよびＳｉおよびＯの元素分布より酸化物層の厚さを求めた。測定結果を表７～９に示す。

[0103]（酸化被膜）

さらに、得られた無方向性電磁鋼板における、酸化物層と地鉄との間の界面に形成された酸化被膜の厚さと層構造を、ＳＴＥＭ－ＥＤＳを用いて測定した。具体的には、前記界面におけるＥＤＳ－ラインプロファイルを０．５ｎｍの間隔で取得し、得られたＡｌ、Ｓｉ、およびＯの元素分布より、前記酸化被膜の厚さと層構造を求めた。

[0104] 表７～９において、「Ｓｉ、Ａｌ」と表記した実施例では、ＳｉおよびＡｌを含有する膜状酸化被膜が存在しており、該膜状酸化被膜はＳｉリッチな酸化被膜とＡｌリッチな酸化被膜が交互に堆積した構造を有していた。また、「Ａｌ」と表記した実施例では、ＳｉおよびＡｌを含有する膜状酸化被膜が存在しており、該膜状酸化被膜はＡｌリッチな酸化被膜のみから構成されていた。

[0105] また、前記酸化被膜の被覆率についても、ＳＴＥＭ－ＥＤＳを用いて測定した。具体的には、まず、ＳＴＥＭ－ＥＤＳを用いて、倍率１０万倍以上にて酸化物層と地鉄との間の界面の元素分析ｍａｐを取得した。得られた元素分析ｍａｐにおけるＡｌ、Ｓｉ、およびＯの元素分布より鋼板地鉄を被覆する酸化被膜の長さを求めた。得られた酸化被膜の長さを鋼板地鉄の長さで割ることにより酸化被膜の被覆率を算出した。測定結果を表７～９に示す。

[0106]（鉄損）

また、得られた無方向性電磁鋼板のそれぞれからサンプルを採取し、圧延方向（Ｌ方向）および幅方向（Ｃ方向）から、幅３０ｍｍ×長さ１８０ｍｍの試験片を切り出し、エプスタイン試験にて（Ｌ＋Ｃ）方向の鉄損$W_{10/400}$を測定した。なお、本実施例では、測定された鉄損$W_{10/400}$が、下記（１）式で求められる鉄損基準値（Ｗ／ｋｇ）よりも低い場合に高周波鉄損が良好であると判断した。

鉄損基準値（Ｗ／ｋｇ）＝２１．８×ｔ＋７．５…（１）

ここで、ｔ：無方向性電磁鋼板の板厚（ｍｍ）

[0107] 測定結果を表７～９に併記した。この結果から、本発明の条件を満たす無方向性電磁鋼板は、いずれも高周波域における鉄損が低減されていることがわかる。本発明によれば、磁束密度の低下を招く合金元素を多量に添加することなく高周波域での鉄損低減が図れるので、本発明の無方向性電磁鋼板はハイブリッド電気自動車や電気自動車、高速発電機、エアコンコンプレッサー、掃除機、工作機械等のモータコア用材料として好適に用いることができる。

[0108]

[表1]

表1

No.	成分組成（質量%）*											
	C	Si	Mn	P	S	Al	Co	Ti	Nb	O	N	その他
1	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03
2	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03
3	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03
4	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03
5	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0002	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03
6	0.0025	1.9	0.5	0.01	0.0019	0.6	0.0029	0.0013	0.0011	0.0025	0.0024	–
7	0.0025	3.8	0.5	0.01	0.0019	0.6	0.0029	0.0013	0.0011	0.0025	0.0024	–
8	0.0025	3.8	0.5	0.01	0.0019	0.6	0.0029	0.0013	0.0011	0.0025	0.0024	–
9	0.0025	3.8	0.5	0.01	0.0019	0.6	0.0029	0.0013	0.0011	0.0025	0.0024	–
10	0.0025	3.8	0.5	0.01	0.0019	0.6	0.0029	0.0013	0.0011	0.0025	0.0024	–
11	0.0025	3.8	0.5	0.01	0.0019	0.6	0.0029	0.0013	0.0011	0.0025	0.0024	–
12	0.0028	3.2	0.8	0.01	0.0024	1.2	0.0024	0.0008	0.0012	0.0021	0.0019	Sn: 0.03
13	0.0028	3.2	0.8	0.01	0.0024	1.8	0.0024	0.0008	0.0012	0.0021	0.0020	Sn: 0.03
14	0.0029	3.5	2.5	0.01	0.0024	0.5	0.0021	0.0008	0.0011	0.0021	0.0028	–
15	0.0025	3.3	0.1	0.01	0.0024	3.5	0.0015	0.0008	0.0011	0.0021	0.0021	–
16	0.0019	4.2	0.3	0.01	0.0015	0.3	0.0026	0.0014	0.0012	0.0019	0.0027	Sb: 0.01
17	0.0019	5.6	0.3	0.01	0.0015	0.3	0.0027	0.0014	0.0012	0.0019	0.0027	–
18	0.0022	7.2	0.2	0.01	0.0024	0.3	0.0038	0.0008	0.0011	0.0021	0.0028	–
19	0.0021	4.0	0.4	0.01	0.0026	0.6	0.0032	0.0011	0.0013	0.0028	0.0024	Sn: 0.03
20	0.0021	4.0	0.4	0.01	0.0026	0.6	0.0032	0.0011	0.0013	0.0028	0.0024	Sn: 0.03
21	0.0026	3.2	0.1	0.25	0.0026	1.5	0.0025	0.0011	0.0013	0.0028	0.0024	Sn: 0.06
22	0.0024	3.4	1.2	0.01	0.0019	0.9	0.0024	0.0016	0.0014	0.0027	0.0021	Sn: 0.03
23	0.0024	3.3	1.8	0.01	0.0019	0.7	0.0024	0.0016	0.0014	0.0027	0.0021	Sn: 0.03
24	0.0018	3.5	0.2	0.01	0.0015	0.9	0.0021	0.0012	0.0009	0.0027	0.0021	Sb: 0.05

＊残部はFeおよび不可避的不純物

[0109] [表2]

表2

No.	成分組成 （質量%）*											
	C	Si	Mn	P	S	Al	Co	Ti	Nb	O	N	その他
25	0.0017	3.6	0.5	0.01	0.0024	0.8	0.0027	0.0016	0.0014	0.0027	0.0021	Ca: 0.0034
26	0.0017	3.6	0.5	0.01	0.0026	0.8	0.0027	0.0016	0.0014	0.0027	0.0021	Mg: 0.0025
27	0.0017	3.6	0.5	0.01	0.0027	0.8	0.0027	0.0016	0.0014	0.0027	0.0021	REM: 0.0072
28	0.0025	3.3	0.6	0.01	0.0059	0.9	0.0019	0.0018	0.0013	0.0029	0.0026	Sn: 0.04
29	0.0025	3.8	0.2	0.01	0.0015	0.5	0.0021	0.0041	0.0013	0.0029	0.0026	Sn: 0.04
30	0.0025	3.8	0.2	0.01	0.0015	0.5	0.0021	0.0007	0.0038	0.0029	0.0026	Sn: 0.04
31	0.0025	3.8	0.2	0.01	0.0015	0.5	0.0021	0.0007	0.0011	0.0064	0.0026	Sn: 0.04
32	0.0025	3.8	0.2	0.01	0.0015	0.5	0.0021	0.0007	0.0011	0.0021	0.0065	Sn: 0.04
33	0.0021	4.1	0.5	0.01	0.0023	0.7	0.0024	0.0012	0.0013	0.0023	0.0022	Sn: 0.03
34	0.0021	4.1	0.5	0.01	0.0023	0.7	0.0024	0.0012	0.0013	0.0023	0.0022	Sn: 0.03
35	0.0021	4.1	0.5	0.01	0.0023	0.7	0.0024	0.0012	0.0013	0.0023	0.0022	Sn: 0.03
36	0.0026	3.4	0.9	0.01	0.0026	1.4	0.0019	0.0018	0.0012	0.0021	0.0023	Sn: 0.03
37	0.0026	3.4	0.9	0.01	0.0026	1.4	0.0019	0.0018	0.0012	0.0021	0.0023	Sn: 0.03
38	0.0026	3.4	0.9	0.01	0.0026	1.4	0.0019	0.0018	0.0012	0.0021	0.0023	Sn: 0.03
39	0.0025	3.7	0.8	0.01	0.0021	0.8	0.0021	0.0013	0.0013	0.0032	0.0031	Sn: 0.03, Ca: 0.0029
40	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03
41	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03
42	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03
43	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03
44	0.0028	3.2	0.8	0.01	0.0024	1.8	0.0024	0.0008	0.0012	0.0021	0.0020	Sn: 0.03
45	0.0028	3.2	0.8	0.01	0.0024	1.8	0.0024	0.0008	0.0012	0.0021	0.0020	Sn: 0.03
46	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03
47	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03

＊残部はFeおよび不可避的不純物

[0110] [表3]

表3

No.	成分組成（質量%）*											
	C	Si	Mn	P	S	Al	Co	Ti	Nb	O	N	その他
48	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03, Cu: 0.30
49	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03, Cu: 0.50
50	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03, Cr: 0.10
51	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03, Cr: 0.30
52	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03, Cr: 0.90
53	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03, Ni: 0.04
54	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03, Ni: 0.50
55	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03, Ni: 0.80
56	0.0025	3.5	0.4	0.01	0.0019	0.8	0.0021	0.0011	0.0009	0.0024	0.0027	Sn: 0.03, Cu: 0.3, Cr: 0.1, Ni: 0.1
57	0.0025	3.8	0.5	0.01	0.0019	0.6	0.0029	0.0013	0.0011	0.0025	0.0024	Zn: 0.0015
58	0.0025	3.8	0.5	0.01	0.0019	0.6	0.0029	0.0013	0.0011	0.0025	0.0024	Zn: 0.0045
59	0.0025	3.8	0.5	0.01	0.0019	0.6	0.0029	0.0013	0.0011	0.0025	0.0024	Zn: 0.021
60	0.0025	3.8	0.5	0.01	0.0019	0.6	0.0029	0.0013	0.0011	0.0025	0.0024	Mo: 0.0029
61	0.0025	3.8	0.5	0.01	0.0019	0.6	0.0029	0.0013	0.0011	0.0025	0.0024	Mo: 0.0300
62	0.0025	3.8	0.5	0.01	0.0019	0.6	0.0029	0.0013	0.0011	0.0025	0.0024	Zn: 0.0068, Mo: 0.0050
63	0.0025	3.8	0.5	0.01	0.0019	0.6	0.0029	0.0013	0.0011	0.0025	0.0024	W: 0.0011
64	0.0025	3.8	0.5	0.01	0.0019	0.6	0.0029	0.0013	0.0011	0.0025	0.0024	W: 0.014
65	0.0025	3.8	0.5	0.01	0.0019	0.6	0.0029	0.0013	0.0011	0.0025	0.0024	W: 0.036
66	0.0028	3.2	0.8	0.01	0.0024	1.8	0.0024	0.0008	0.0012	0.0021	0.0020	Sn: 0.03, Ga: 0.0012
67	0.0028	3.2	0.8	0.01	0.0024	1.8	0.0024	0.0008	0.0012	0.0021	0.0020	Sn: 0.03, Ge: 0.0024
68	0.0028	3.2	0.8	0.01	0.0024	1.8	0.0024	0.0008	0.0012	0.0021	0.0020	Sn: 0.03, Ga: 0.0034, Ge: 0.0042
69	0.0028	3.2	0.8	0.01	0.0024	1.8	0.0024	0.0008	0.0012	0.0021	0.0020	Sn: 0.03, Ga: 0.0067
70	0.0028	3.2	0.8	0.01	0.0024	1.8	0.0024	0.0008	0.0012	0.0021	0.0020	Sn: 0.03, Ge: 0.081
71	0.0028	3.2	0.8	0.01	0.0024	1.8	0.0024	0.0008	0.0012	0.0021	0.0020	Sn: 0.03, Ga: 0.0008, Ge: 0.0007

＊残部はFeおよび不可避的不純物

[0111] [表4]

表4

No.	最終板厚 (mm)	製造条件							
		酸処理			歪取焼鈍				
		酸	濃度(重量%)	時間(sec)	温度(℃)	時間(hr)	昇温速度(℃/hr)	雰囲気中の窒素分圧(%)
1	0.25	リン酸	10	5	825	1	300	100
2	0.25	塩酸	10	5	825	1	300	100
3	0.25	硫酸	10	5	825	1	300	100
4	0.25	硝酸	10	5	825	1	300	100
5	0.25	リン酸	10	5	825	1	300	100
6	0.25	リン酸	10	5	825	1	300	100
7	0.30	硝酸+塩酸	20	3	800	2	100	70
8	0.30	塩酸+リン酸	15	15	800	2	100	70
9	0.30	塩酸	2	10	800	2	100	70
10	0.30	塩酸	8	80	800	2	100	70
11	0.30	硝酸+塩酸+リン酸	15	5	800	2	50	70
12	0.27	硫酸+塩酸+リン酸	25	25	800	2	50	70
13	0.25	硝酸	20	5	800	2	50	70
14	–	–	–	–	–	–	–	–
15	–	–	–	–	–	–	–	–
16	0.25	リン酸	25	5	850	1	500	80
17	0.25	リン酸	25	5	850	1	500	80
18	–	–	–	–	–	–		–
19	0.35	硝酸	15	10	825	3	750	100
20	0.20	硝酸	15	20	825	3	750	100
21	–	–	–	–	–	–	–	–
22	0.25	塩酸	5	30	750	2	250	50
23	0.25	塩酸	5	30	750	2	250	50
24	0.27	リン酸	3	50	780	4	150	75

[0112] [表5]

表5

No.	最終板厚 (mm)	製造条件							
		酸処理			歪取焼鈍				
		酸	濃度(重量%)	時間(sec)	温度(℃)	時間(hr)	昇温速度(℃/hr)	雰囲気中の窒素分圧(%)
25	0.25	硝酸+塩酸	8	20	780	4	150	75
26	0.25	硫酸	10	15	780	4	150	75
27	0.25	硫酸	10	15	780	4	150	75
28	0.25	塩酸+リン酸	20	5	820	2	300	90
29	0.25	塩酸+リン酸	20	5	820	2	300	90
30	0.25	塩酸+リン酸	20	5	820	2	300	90
31	0.25	塩酸+リン酸	20	5	820	2	300	90
32	0.25	塩酸+リン酸	20	5	820	2	300	90
33	0.20	塩酸+硝酸	15	4	850	1	400	100
34	0.25	塩酸+硝酸	15	4	850	1	400	100
35	0.30	塩酸+硝酸	15	4	850	1	400	100
36	0.15	硫酸+リン酸	25	2	900	1	200	100
37	0.20	硫酸+リン酸	25	2	900	1	200	100
38	0.25	硫酸+リン酸	25	2	900	1	200	100
39	0.25	硫酸+リン酸	25	2	900	1	200	100
40	0.25	硝酸	3	1	825	2	250	75
41	0.25	硝酸	3	60	825	2	250	75
42	0.25	硝酸	30	1	825	2	250	75
43	0.25	硝酸	30	60	825	2	250	75
44	0.25	硝酸	20	5	800	2	15	70
45	0.25	硝酸	20	5	800	2	1100	70
46	0.25	リン酸	5	5	800	1	300	100
47	0.25	リン酸	10	5	800	1	50	100

[0113] [表6]

表6

No.	最終板厚(mm)	製造条件							
		酸処理			歪取焼鈍				
		酸	濃度(重量%)	時間(sec)	温度(℃)	時間(hr)	昇温速度(℃/hr)	雰囲気中の窒素分圧(%)
48	0.25	硝酸	10	5	825	1	300	100
49	0.25	硝酸	10	5	825	1	300	100
50	0.25	硝酸	10	5	825	1	300	100
51	0.25	硝酸	10	5	825	1	300	100
52	0.25	硝酸	10	5	825	1	300	100
53	0.25	硝酸	10	5	825	1	300	100
54	0.25	硝酸	10	5	825	1	300	100
55	0.25	硝酸	10	5	825	1	300	100
56	0.25	硝酸	10	5	825	1	300	100
57	0.30	塩酸+リン酸	15	15	800	2	100	70
58	0.30	塩酸+リン酸	15	15	800	2	100	70
59	0.30	塩酸+リン酸	15	15	800	2	100	70
60	0.30	塩酸+リン酸	15	15	800	2	100	70
61	0.30	塩酸+リン酸	15	15	800	2	100	70
62	0.30	塩酸+リン酸	15	15	800	2	100	70
63	0.30	塩酸+リン酸	15	15	800	2	100	70
64	0.30	塩酸+リン酸	15	15	800	2	100	70
65	0.30	塩酸+リン酸	15	15	800	2	100	70
66	0.25	硝酸	20	5	800	2	1100	70
67	0.25	硝酸	20	5	800	2	1100	70
68	0.25	硝酸	20	5	800	2	1100	70
69	0.25	硝酸	20	5	800	2	1100	70
70	0.25	硝酸	20	5	800	2	1100	70
71	0.25	硝酸	20	5	800	2	1100	70

[0114] [表7]

表7

No.	測定結果					鉄損基準値 (W/kg)	鉄損 $W_{10/400}$ (W/kg)	備考
	表層窒化量 (質量%)	酸化物層の厚さ (nm)	酸化被膜					
			厚さ(nm)	構造	被覆率(%)			
1	0.0018	80	25	Si,Al	100	13.0	10.7	発明例
2	0.0018	90	30	Si,Al	100	13.0	10.6	発明例
3	0.0015	85	30	Si,Al	100	13.0	10.5	発明例
4	0.0014	75	20	Si,Al	100	13.0	10.4	発明例
5	0.0054	80	30	Si,Al	9	13.0	13.7	比較例
6	0.0019	90	40	Si,Al	48	13.0	14.1	比較例
7	0.0015	70	20	Si,Al	100	14.0	10.9	発明例
8	0.0021	120	35	Si,Al	100	14.0	10.9	発明例
9	0.0068	30	15	Si,Al	16	14.0	14.8	比較例
10	0.0059	250	50	Si,Al	19	14.0	14.0	比較例
11	0.0015	75	25	Si,Al	100	14.0	11.6	発明例
12	0.0018	150	35	Si,Al	100	13.4	11.3	発明例
13	0.0016	90	30	Si,Al	100	13.0	10.7	発明例
14	–	=	–	–	–	–	–	比較例
15	–	=	–	–	–	–	–	比較例
16	0.0017	105	30	Si,Al	100	13.0	10.2	発明例
17	0.0016	100	30	Si,Al	100	13.0	9.3	発明例
18	–	=	–	–	–	–	–	比較例
19	0.0016	115	35	Si,Al	100	15.1	12.1	発明例
20	0.0015	125	35	Si,Al	100	11.9	8.9	発明例
21	–	=	–	–	–	–	–	比較例
22	0.0021	105	35	Si,Al	100	13.0	10.9	発明例
23	0.0020	105	35	Si,Al	100	13.0	10.9	発明例
24	0.0025	150	40	Si,Al	100	13.4	11.3	発明例

[0115] [表8]

表8

No.	測定結果						備考
	表層窒化量（質量%）	酸化物層の厚さ（nm）	酸化被膜			鉄損基準値（W/kg）	鉄損 $W_{10/400}$（W/kg）	
			厚さ(nm)	構造	被覆率(%)			
25	0.0021	100	30	Si,Al	100	13.0	10.7	発明例
26	0.0015	95	30	Si,Al	100	13.0	10.6	発明例
27	0.0015	95	30	Si,Al	100	13.0	10.6	発明例
28	0.0024	80	25	Si,Al	89	13.0	14.3	比較例
29	0.0021	80	25	Si,Al	87	13.0	15.1	比較例
30	0.0022	80	25	Si,Al	92	13.0	15.0	比較例
31	0.0021	80	25	Si,Al	91	13.0	14.7	比較例
32	0.0054	80	25	Si,Al	90	13.0	16.4	比較例
33	0.0009	85	30	Si,Al	100	11.9	8.9	発明例
34	0.0018	85	30	Si,Al	100	13.0	10.0	発明例
35	0.0018	85	30	Si,Al	100	14.0	11.3	発明例
36	0.0013	90	35	Si,Al	100	10.8	8.5	発明例
37	0.0011	90	35	Si,Al	100	11.9	9.1	発明例
38	0.0011	90	35	Si,Al	100	13.0	10.3	発明例
39	0.0011	90	35	Si,Al	100	13.0	10.4	発明例
40	0.0024	70	30	Si,Al	84	13.0	11.5	発明例
41	0.0023	125	40	Si,Al	88	13.0	11.4	発明例
42	0.0023	75	30	Si,Al	87	13.0	11.5	発明例
43	0.0024	130	45	Si,Al	86	13.0	11.6	発明例
44	0.0022	90	20	Al	93	13.0	11.8	発明例
45	0.0023	90	30	Al	91	13.0	11.9	発明例
46	0.0018	30	25	Si,Al	100	13.0	10.8	発明例
47	0.0018	250	25	Si,Al	100	13.0	10.8	発明例

[0116] [表9]

表9

No.	測定結果					鉄損基準値 (W/kg)	鉄損 $W_{10/400}$ (W/kg)	備考
	表層窒化量 (質量%)	酸化物層の厚さ (nm)	酸化被膜					
			厚さ(nm)	構造	被覆率(%)			
48	0.0014	75	20	Si,Al	100	13.0	10.3	発明例
49	0.0014	75	20	Si,Al	100	13.0	10.2	発明例
50	0.0014	75	20	Si,Al	100	13.0	10.2	発明例
51	0.0014	75	20	Si,Al	100	13.0	10.1	発明例
52	0.0014	75	20	Si,Al	100	13.0	10.2	発明例
53	0.0014	75	20	Si,Al	100	13.0	10.1	発明例
54	0.0014	75	20	Si,Al	100	13.0	10.2	発明例
55	0.0014	75	20	Si,Al	100	13.0	10.2	発明例
56	0.0014	75	20	Si,Al	100	13.0	10.1	発明例
57	0.0019	120	35	Si,Al	100	14.0	10.7	発明例
58	0.0018	120	35	Si,Al	100	14.0	10.6	発明例
59	0.0017	120	35	Si,Al	100	14.0	10.5	発明例
60	0.0021	120	35	Si,Al	100	14.0	10.8	発明例
61	0.0021	120	35	Si,Al	100	14.0	10.8	発明例
62	0.0017	120	35	Si,Al	100	14.0	10.6	発明例
63	0.0021	120	35	Si,Al	100	14.0	10.8	発明例
64	0.0021	120	35	Si,Al	100	14.0	10.8	発明例
65	0.0021	120	35	Si,Al	100	14.0	10.8	発明例
66	0.0023	90	30	Al	94	13.0	11.8	発明例
67	0.0023	90	30	Al	92	13.0	11.7	発明例
68	0.0023	90	30	Al	88	13.0	11.6	発明例
69	0.0023	90	30	Al	87	13.0	11.6	発明例
70	0.0023	90	30	Al	89	13.0	11.7	発明例
71	0.0023	90	30	Al	91	12.95	11.8	発明例

請求の範囲

[請求項1] 質量％で、

Ｃ　：０．００５０％以下、

Ｓｉ：２．０～６．５％、

Ｍｎ：０．０５～２．０％、

Ｐ　：０．１０％以下、

Ｓ　：０．００５０％以下、

Ａｌ：０．３～３．０％、

Ｎ　：０．００５０％以下、

Ｃｏ：０．０００５～０．００５０％、

Ｔｉ：０．００３０％以下、

Ｎｂ：０．００３０％以下、および

Ｏ　：０．００５０％以下を含有し、

残部がＦｅおよび不可避不純物からなる成分組成を有し、

少なくとも一方の表面において、前記表面から板厚の１／２０の深さまでの範囲において、ＡｌＮとして存在するＮの量が０．００３質量％以下であり、

前記表面に、Ｆｅと、ＡｌおよびＳｉの一方または両方とを含有する酸化物層を有し、

前記酸化物層と地鉄との間の界面に、Ａｌ酸化物およびＳｉ酸化物の一方または両方からなる酸化被膜を有する、無方向性電磁鋼板。

[請求項2] 前記成分組成が、さらに、質量％で、下記Ａ群～Ｆ群の内、１群以上を含有する、請求項１に記載の無方向性電磁鋼板。

Ａ群：Ｓｎ：０．００５～０．２０％、およびＳｂ：０．００５～０．２０％の一方または両方

Ｂ群：Ｃａ、Ｍｇ、およびＲＥＭからなる群より選択される少なくとも１つを、合計で０．０００５～０．０２０％

Ｃ群：Ｃｕ、Ｃｒ、およびＮｉからなる群より選択される少なくとも

１つを、合計で０．０３～１．０％

Ｄ群：ＧｅおよびＧａの一方または両方を、合計で０．０００５～０．０１％

Ｅ群：Ｚｎ：０．００１～０．０５％

Ｆ群：ＭｏおよびＷの一方または両方を、合計で０．００１～０．０５％

[請求項3] 質量％で、

Ｃ　：０．００５０％以下、

Ｓｉ：２．０～６．５％、

Ｍｎ：０．０５～２．０％、

Ｐ　：０．１０％以下、

Ｓ　：０．００５０％以下、

Ａｌ：０．３～３．０％、

Ｎ　：０．００５０％以下、

Ｃｏ：０．０００５～０．００５０％、

Ｔｉ：０．００３０％以下、

Ｎｂ：０．００３０％以下、および

Ｏ　：０．００５０％以下を含有し、

残部がＦｅおよび不可避不純物からなる成分組成を有する鋼素材に、１回の冷間圧延または中間焼鈍を挟む２回以上の冷間圧延を施して冷延鋼板とし、

前記冷延鋼板に仕上焼鈍および歪取焼鈍を施して無方向性電磁鋼板を製造する方法であって、

前記歪取焼鈍が、均熱温度：７５０℃～９５０℃、雰囲気中の窒素含有量：５０体積％以上の条件で行われ、

前記仕上焼鈍の後、前記歪取焼鈍の前に、塩酸、リン酸、硫酸、および硝酸からなる群より選択される少なくとも１つを合計濃度３～３０重量％で含む酸を用い、１～６０ｓｅｃ、鋼板表面に酸処理を施す

、無方向性電磁鋼板の製造方法。

[請求項4] 前記冷間圧延に先だって、前記鋼素材を熱間圧延して熱延鋼板とし、

前記熱延鋼板に熱延板焼鈍を施して熱延焼鈍板とし、

前記熱延焼鈍板を前記冷間圧延に供する、請求項３に記載の無方向性電磁鋼板の製造方法。

[請求項5] 前記成分組成が、さらに、質量％で、下記Ａ群～Ｆ群の内、１群以上を含有する、請求項３または４に記載の無方向性電磁鋼板の製造方法。

Ａ群：Ｓｎ：０．００５～０．２０％、およびＳｂ：０．００５～０．２０％の一方または両方

Ｂ群：Ｃａ、Ｍｇ、およびＲＥＭからなる群より選択される少なくとも１つを、合計で０．０００５～０．０２０％

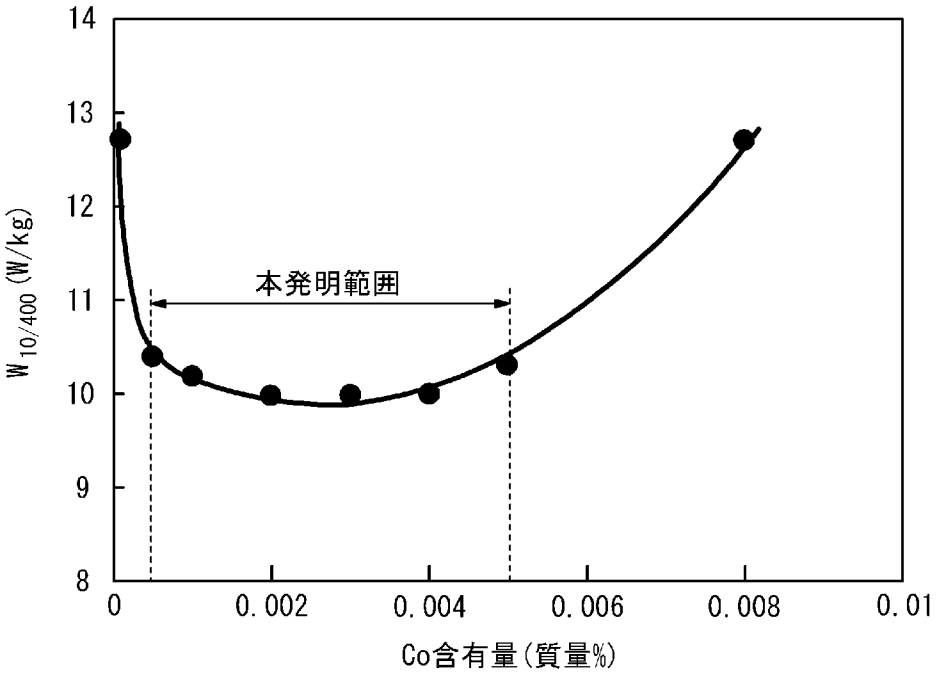
Ｃ群：Ｃｕ、Ｃｒ、およびＮｉからなる群より選択される少なくとも１つを、合計で０．０３～１．０％

Ｄ群：ＧｅおよびＧａの一方または両方を、合計で０．０００５～０．０１％

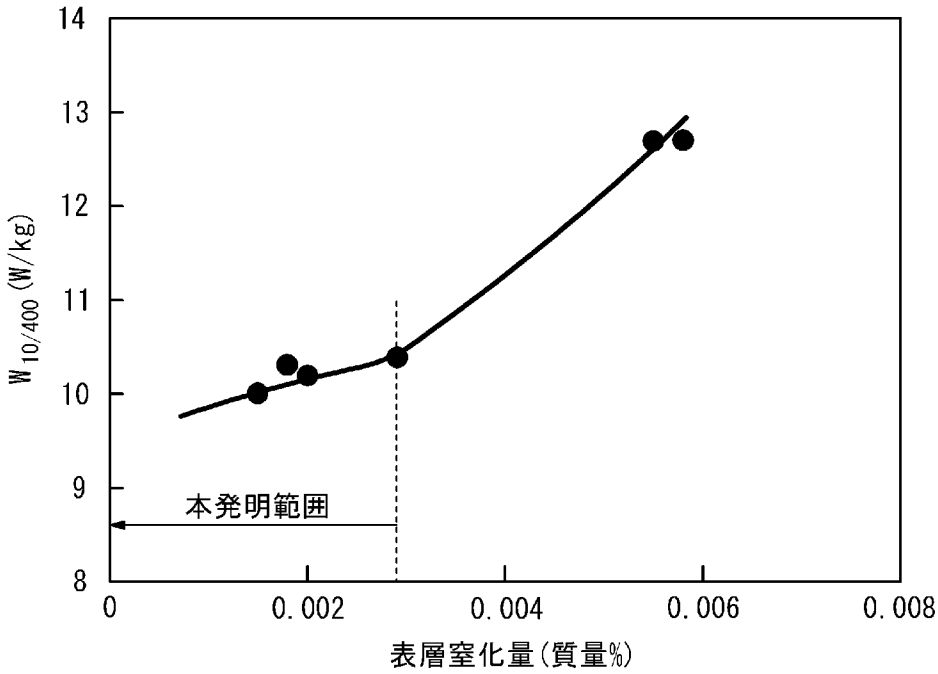
Ｅ群：Ｚｎ：０．００１～０．０５％

Ｆ群：ＭｏおよびＷの一方または両方を、合計で０．００１～０．０５％

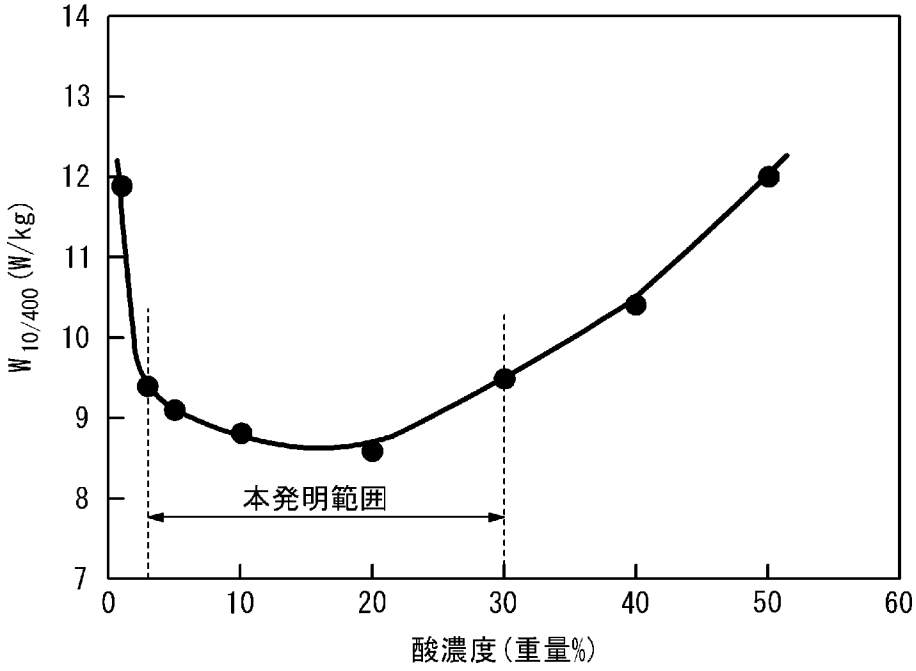
[図1]


14
13
12
11
10
9
8
$W_{10/400}$ (W/kg)
本発明範囲
0
0.002
0.004
0.006
0.008
0.01
Co含有量(質量%)

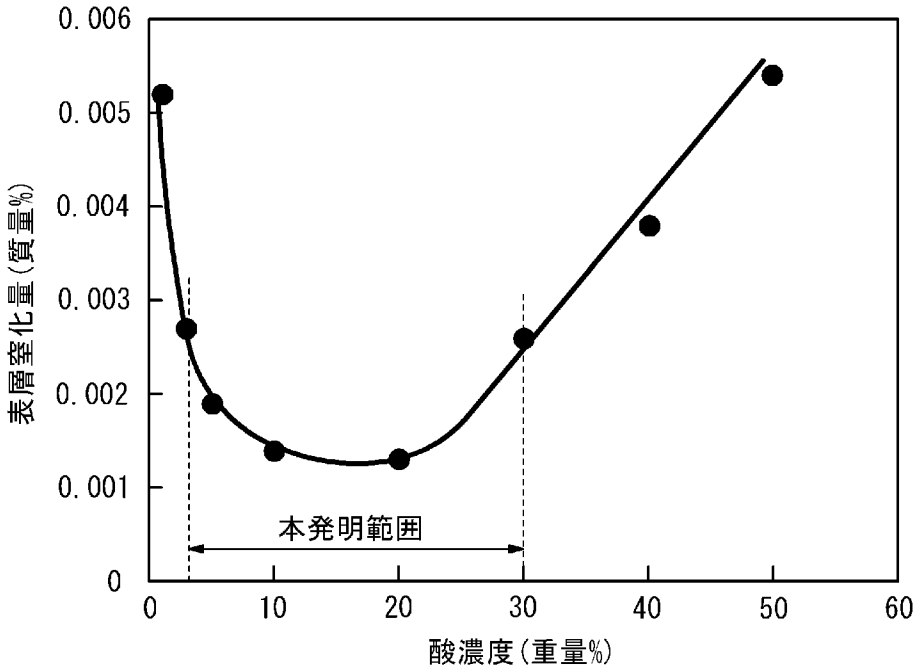
[図2]


14
13
12
11
10
9
8
$W_{10/400}$ (W/kg)
本発明範囲
0
0.002
0.004
0.006
0.008
表層窒化量(質量%)

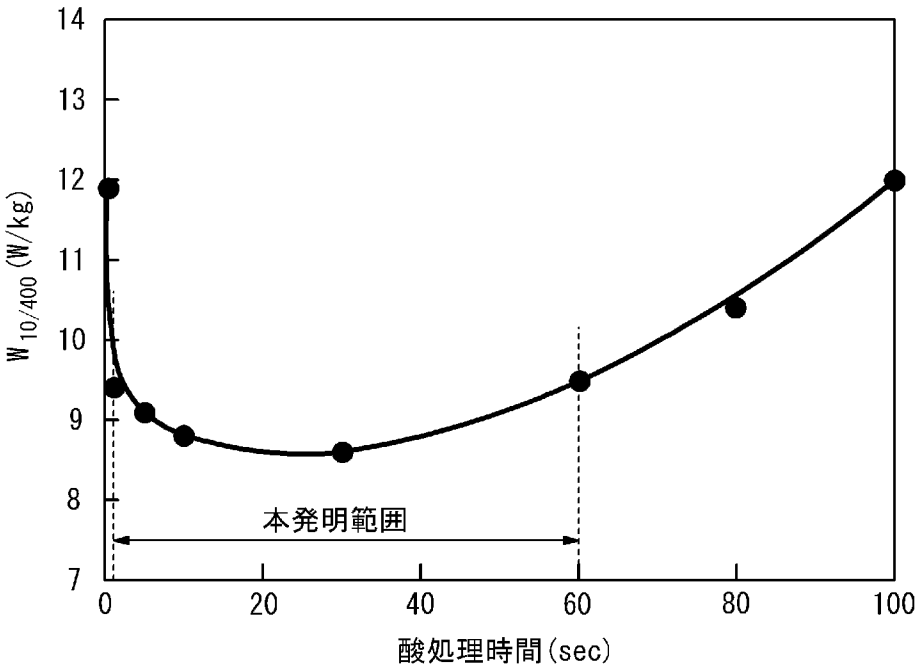
[図3]


14
13
12
11
10
9
8
7
$W_{10/400}$ (W/kg)
本発明範囲
0
10
20
30
40
50
60
酸濃度(重量%)

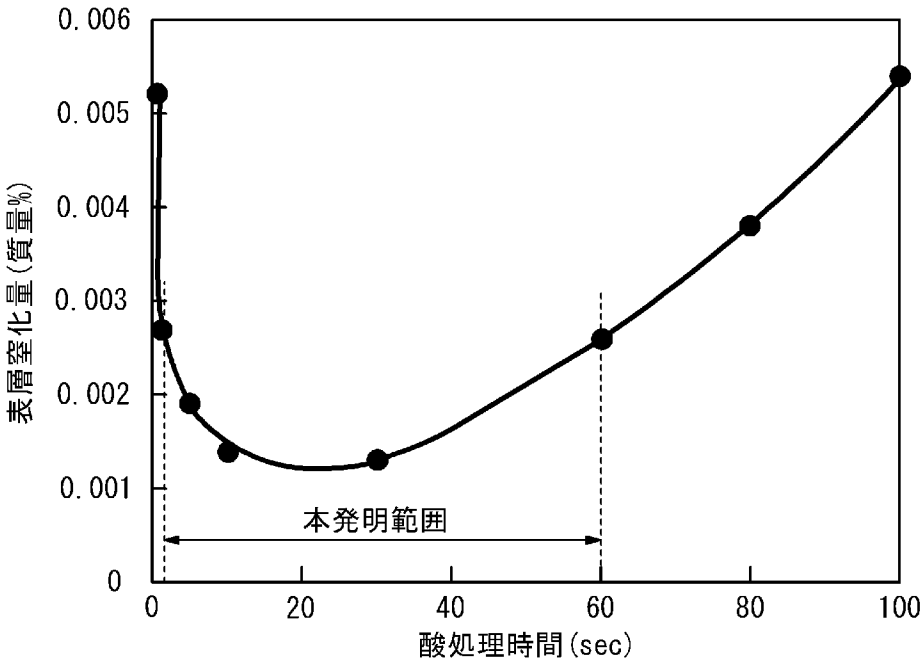
[図4]


0.006
0.005
0.004
0.003
0.002
0.001
0
表層窒化量(質量%)
本発明範囲
0
10
20
30
40
50
60
酸濃度(重量%)

[図5]


14
13
12
11
10
9
8
7
$W_{10/400}$ (W/kg)
本発明範囲
0
20
40
60
80
100
酸処理時間(sec)

[図6]


0.006
0.005
0.004
0.003
0.002
0.001
0
表層窒化量(質量%)
本発明範囲
0
20
40
60
80
100
酸処理時間(sec)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2023/001969

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C22C 38/00(2006.01)i; ***C21D 8/12***(2006.01)i; ***C22C 38/14***(2006.01)i; ***C22C 38/60***(2006.01)i; ***H01F 1/147***(2006.01)i
FI: C22C38/00 303U; C22C38/14; C22C38/60; C21D8/12 A; H01F1/147 183

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)

C22C38/00-38/60; C21D8/12; C21D9/46; H01F1/147

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

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2023
Registered utility model specifications of Japan 1996-2023
Published registered utility model applications of Japan 1994-2023

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	WO 2020/262063 A1 (JFE STEEL CORPORATION) 30 December 2020 (2020-12-30) paragraphs [0009]-[0017], examples	1-5
A	WO 2021/117325 A1 (JFE STEEL CORPORATION) 17 June 2021 (2021-06-17) paragraphs [0009]-[0011], examples	1-5
A	JP 2003-293101 A (JFE STEEL CORPORATION) 15 October 2003 (2003-10-15) paragraph [0034]	1-5
A	JP 2011-157603 A (NIPPON STEEL CORP) 18 August 2011 (2011-08-18) paragraphs [0025]-[0034]	1-5

☐ 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	Date of mailing of the international search report
14 March 2023	**28 March 2023**
Name and mailing address of the ISA/JP **Japan Patent Office (ISA/JP)** **3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915** **Japan**	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2023/001969

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
WO 2020/262063 A1	30 December 2020	EP 3992312 A1 paragraphs [0010]-[0017], examples CA 3137623 A1 CN 114008224 A KR 10-2022-0004221 A TW 202104613 A US 2022/0278566 A1	
WO 2021/117325 A1	17 June 2021	EP 4036257 A1 paragraphs [0009]-[0011], examples CN 114630918 A KR 10-2022-0062605 A TW 202122603 A US 2022/0372600 A1	
JP 2003-293101 A	15 October 2003	(Family: none)	
JP 2011-157603 A	18 August 2011	(Family: none)	

国際調査報告

国際出願番号
PCT/JP2023/001969

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

C22C 38/00(2006.01)i; C21D 8/12(2006.01)i; C22C 38/14(2006.01)i; C22C 38/60(2006.01)i; H01F 1/147(2006.01)i
FI: C22C38/00 303U; C22C38/14; C22C38/60; C21D8/12 A; H01F1/147 183

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））

C22C38/00-38/60; C21D8/12; C21D9/46; H01F1/147

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	１９７１－２０２３年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０２３年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０２３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	WO 2020/262063 A1（ＪＦＥスチール株式会社）30.12.2020（2020-12-30） [0009]-[0017]，実施例	1-5
A	WO 2021/117325 A1（ＪＦＥスチール株式会社）17.06.2021（2021-06-17） [0009]-[0011]，実施例	1-5
A	JP 2003-293101 A（ＪＦＥスチール株式会社）15.10.2003（2003-10-15） [0034]	1-5
A	JP 2011-157603 A（新日本製鐵株式会社）18.08.2011（2011-08-18） [0025]-[0034]	1-5

☐ 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抵触するものではなく、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	国際調査報告の発送日
14.03.2023	28.03.2023

名称及びあて先
日本国特許庁(ISA/JP)
〒100-8915
日本国
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

権限のある職員（特許庁審査官）
田口　裕健 4K 4663

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号
PCT/JP2023/001969

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
WO 2020/262063 A1	30.12.2020	EP 3992312 A1 [0010]-[0017], Examples CA 3137623 A1 CN 114008224 A KR 10-2022-0004221 A TW 202104613 A US 2022/0278566 A1	
WO 2021/117325 A1	17.06.2021	EP 4036257 A1 [0009]-[0011], Examples CN 114630918 A KR 10-2022-0062605 A TW 202122603 A US 2022/0372600 A1	
JP 2003-293101 A	15.10.2003	（ファミリーなし）	
JP 2011-157603 A	18.08.2011	（ファミリーなし）	