(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
2015 年 11 月 19 日(19.11.2015)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2015/174361 A1

(51) 国際特許分類:
C21D 8/12 (2006.01) *C22C 38/60* (2006.01)
C21D 9/46 (2006.01) *H01F 1/16* (2006.01)
C22C 38/00 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2015/063439

(22) 国際出願日: 2015 年 5 月 11 日(11.05.2015)

(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 2014-098307 2014 年 5 月 12 日(12.05.2014) 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: 末廣 龍一 (SUEHIRO Ryuichi); 〒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). 寺島 敬 (TERASHIMA Takashi); 〒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). 渡辺 誠 (WATANABE Makoto); 〒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). 高宮 俊人 (TAKAMIYA Toshito); 〒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). 今村 猛 (IMAMURA 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).

(74) 代理人: 特許業務法人銀座マロニエ特許事務所 (GINZA MARONIE P.C.); 〒1040061 東京都中央区銀座２丁目８番９号木挽館銀座ビル Tokyo (JP).

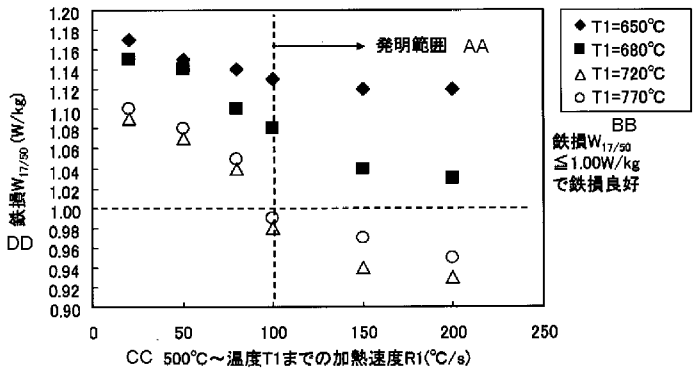
(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, 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, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, 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, 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,

[続葉有]

(54) **Title**: METHOD FOR PRODUCING ORIENTED ELECTROMAGNETIC STEEL SHEET

(54) 発明の名称 : 方向性電磁鋼板の製造方法



AA Scope of invention
BB Good iron loss at: Iron loss $W_{17/50} \leq 1.00$ W/kg
CC Heating rate (R1) (°C/s) from 500 °C to temperature T1
DD Iron loss $W_{17/50}$ (W/kg)

(57) **Abstract**: The present invention provides a method for producing an oriented electromagnetic steel sheet wherein a slab of an inhibitor-less component system which contains, by mass%, 0.002-0.10% of C, 2.5-6.0% of Si, and 0.010-0.8% of Mn, and in which Al, N, Se, and S have been minimized, is processed through hot rolling, annealing the hot-rolled sheet, cold rolling, decarburization annealing, applying an annealing separation agent, and final annealing. Therein, by heating, during a heating process in the decarburization annealing, such that the heating rate (R1) from 500 to T1 is 100 °C/s or more and the heating rate (R2) from T1 to T2 is 15 °C/s or less, where T1 is any temperature between 700 and 800 °C and T2 is a soaking temperature set to any temperature between 820 and 900 °C, it is possible to obtain an oriented electromagnetic steel sheet which has excellent iron loss characteristics and coating peeling resistance and with which decarburization properties can be ensured even when rapid heating during decarburization annealing is carried out using an inhibitor-less component system.

(57) 要約:

[続葉有]

WO 2015/174361 A1

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:
— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

ｍａｓｓ％でＣ：０．００２～０．１０％、Ｓｉ：２．５～６．０％、Ｍｎ：０．０１０～０．８％を含有し、Ａｌ，Ｎ，ＳｅおよびＳを極力低減したインヒビターレスの成分系のスラブを熱間圧延し、熱延板焼鈍し、冷間圧延し、脱炭焼鈍し、焼鈍分離剤を塗布し、仕上焼鈍する方向性電磁鋼板の製造方法において、上記脱炭焼鈍の加熱過程における７００～８００℃間のいずれかの温度をＴ１、８２０～９００℃間のいずれかの温度に設定された均熱温度をＴ２としたとき、５００～Ｔ１間の加熱速度Ｒ１を１００℃／ｓ以上、Ｔ１～Ｔ２間の加熱速度Ｒ２を１５℃／ｓ以下として加熱することによって、インヒビターレスの成分系で、脱炭焼鈍で急速加熱したときでも、脱炭性を確保し、鉄損特性および被膜の耐剥離性に優れる方向性電磁鋼板を得る。

明　細　書

発明の名称 ： 方向性電磁鋼板の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、変圧器の鉄心材料等に用いて好適な方向性電磁鋼板の製造方法に関するものである。

背景技術

[0002] 電磁鋼板は、変圧器やモーターの鉄心材料等として広く用いられている軟磁性材料であり、中でも方向性電磁鋼板は、結晶方位がＧｏｓｓ方位と呼ばれる｛１１０｝＜００１＞方位に高度に集積することで優れた磁気特性を示すため、主として大型の変圧器の鉄心材料等として使用されている。そのため、従来における方向性電磁鋼板の主な開発課題は、変圧器の無負荷損（エネルギーロス）を低減するため、鋼板を励磁した際に生じる損失すなわち鉄損を低減するということにあった。

[0003] 方向性電磁鋼板の一般的な製造方法としては、インヒビターと呼ばれる微細な析出物を利用する方法が知られている。この技術の特徴は、仕上焼鈍においてインヒビターを鋼中に微細に分散析出させることによって、Ｇｏｓｓ方位のみを優先的に二次再結晶させ、粒成長させるところにある。しかしながら、インヒビターを微細析出させるためには、インヒビターを形成する成分を、熱間圧延前の段階において、一度、鋼中に完全に固溶させておくことが必要である。そのため、従来の方法では、熱延前のスラブ加熱工程において、スラブを１３００℃以上の高温に再加熱する必要があった。さらに、インヒビターは、仕上焼鈍においてＧｏｓｓ方位を優先的に成長させるためには有用であるが、これが製品板まで残存すると、磁気特性を劣化させる。そのため、仕上焼鈍の二次再結晶完了後において、高温の水素雰囲気下で、インヒビター成分を除去する純化焼鈍を行う必要があった。

[0004] そこで、インヒビターを極力使用せずに方向性電磁鋼板を製造する、いわゆるインヒビターレスと呼ばれる技術の開発が行われている。例えば、特許

文献１には、インヒビター成分を含まない成分系であっても、粒界易動度の結晶方位差角依存性を利用してＧｏｓｓ方位粒を二次再結晶させる技術が開示されている。また、特許文献２には、インヒビターレスであっても、鋼中に微量に含まれるＡｌとＮの質量比を適正範囲に調整することで、高位な磁気特性を有する方向性電磁鋼板を安定して製造する方法が開示されている。このようなインヒビターレスの方向性電磁鋼板の製造方法は、インヒビターの機能を有効に発現させるのに必要な高温スラブ加熱や、高温仕上焼鈍によるインヒビター成分の除去工程を必要としないため、製造コストを低減できるという利点がある。

[0005] また、方向性電磁鋼板の鉄損を低減するには、インヒビターの利用有無を問わず、Ｇｏｓｓ方位またはそれに近い方位の結晶粒のみを二次再結晶によって成長させることが重要である。しかし、それ以外に、製品板の結晶粒径、すなわち、二次再結晶粒を細粒化することによっても鉄損が低減することが知られている。これは、二次再結晶粒の細粒化によって、鋼板中の磁区が細分化し、鋼板を励磁したときの磁壁移動に伴う渦電流によるジュール熱、すなわち、異常渦電流損が低減されるためである。

[0006] 二次再結晶粒の細粒化を工業的に達成する方法としては、例えば、特許文献３に開示されるように、脱炭焼鈍の直前あるいは脱炭焼鈍の加熱過程において、８０℃／ｓ以上の加熱速度で７００℃以上まで急速加熱する方法が知られている。これは、最終冷延後の鋼板に急速加熱を施すことで、脱炭焼鈍後の１次再結晶集合組織中に２次再結晶の核となるＧｏｓｓ方位（｛１１０｝＜００１＞）が増加し、続く仕上焼鈍において、多数のＧｏｓｓ方位核が２次再結晶するため、相対的に２次再結晶粒が細粒化するのを利用した技術である。

[0007] ところで、脱炭焼鈍では、焼鈍中の雰囲気を酸化性とするため、鋼板表面にＳｉおよびＦｅの酸化物を主体とする酸化被膜が形成される（以降、この酸化被膜を「サブスケール」とも呼ぶ）。このサブスケールが形成された鋼板表面にＭｇＯを主体とする焼鈍分離剤を塗布して仕上焼鈍を施すと、サブ

スケールとＭｇＯとが反応してフォルステライト（Mg_2SiO_4）層を形成し、製品板を積層して使用するときの絶縁被膜としての役割を果たす。しかし、特許文献３に開示されたような鋼板を短時間で高温に加熱する方法では、鋼板表面に形成される酸化被膜中にファイアライト（Fe_2SiO_4）が過剰に形成されるため、続く仕上焼鈍におけるフォルステライト（Mg_2SiO_4）被膜の形成が不安定となるという問題がある。

[0008] この問題に対しては、例えば、特許文献４には、酸素ポテンシャルP_{H2O}/P_{H2}を０．２以下とする非酸化性雰囲気中で急速加熱することで、初期酸化におけるファイアライトの過剰な形成を抑制する技術が開示されている。しかし、非酸化性雰囲気中で急速加熱することで鋼板表面に緻密な酸化層が形成されるため、その後の脱炭焼鈍における脱炭反応が阻害されるという問題がある。脱炭焼鈍でＣが十分に除去されずに製品板中に残留すると、経時的に製品板の磁気特性が劣化する、いわゆる、磁気時効を起こす。そこで、特許文献５には、酸素ポテンシャルP_{H2O}/P_{H2}を０．４１以上の湿水素雰囲気とすることで、緻密な酸化層の形成を抑制し、脱炭性を確保する技術が提案されている。

先行技術文献

特許文献

[0009] 特許文献1：特許３７０７２６８号公報

特許文献2：特開２０１０－１００８８５号公報

特許文献3：特許２６７９９２８号公報

特許文献4：特許２９８３１２８号公報

特許文献5：特許３３９２６６９号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0010] しかしながら、急速加熱を酸化性雰囲気で実施する特許文献５の技術は、フォルステライト被膜形成のために、非酸化性雰囲気で加熱するという特許

文献４に開示の技術とは相反するものである。そのため、従来技術においては、脱炭性とフォルステライト被膜の安定形成をコイル全長にわたって両立させることは困難であるという問題があった。

[0011] 先述したように、脱炭不良は、磁気時効による磁気特性の劣化を引き起こす。また、フォルステライト被膜は、鋼板に張力を付与することで鉄損を改善するとともに、方向性電磁鋼板を積層して鉄心などに利用する場合に、積層した鋼板間に渦電流が流れるのを抑制し、鉄損増大を防ぐ絶縁層として機能するが、フォルステライト被膜の形成が不十分であると、鋼板に曲げ等の変形が加わった際、被膜が鋼板表面から剥離して絶縁性が低下する原因となる。

[0012] また、インヒビターレスの方向性電磁鋼板の製造方法に、急速加熱技術を適用する場合、フォルステライト被膜が十分に形成されないときは、仕上焼鈍で、焼鈍雰囲気の不活性ガスとして用いる窒素が鋼中に侵入し、微量に含まれるＡｌと結合してＡｌＮを形成する。ＡｌＮは、インヒビターの一種であり、窒素の侵入によって過剰にＡｌＮが形成されると、仕上焼鈍における一次再結晶粒の粒成長に対する抑制力が強くなり過ぎ、二次再結晶が不安定化し、良好な磁気特性が得られ難くなるという問題がある。

[0013] 本発明は、従来技術が抱える上記の問題点に鑑みてなされたものであり、その目的は、インヒビターレスの成分系の鋼素材を用いて方向性電磁鋼板を製造する場合において、脱炭焼鈍の加熱過程で急速加熱を行ったときでも、脱炭性を十分に確保し、かつ、仕上焼鈍におけるフォルステライト被膜の形成を安定化することによって、鉄損特性およびフォルステライト被膜の耐剥離性がコイル全長にわたって優れる方向性電磁鋼板の製造方法を提案することにある。

課題を解決するための手段

[0014] 発明者らは、上記課題の解決に向けて、脱炭焼鈍における加熱過程の昇温パターンに着目して鋭意検討を重ねた。その結果、脱炭焼鈍の加熱過程における７００℃を超える高温での加熱速度を適正範囲に制御することで、鋼板

表層への過剰なファイアライトの形成を抑制した上で、健全な酸化層を形成することができ、しかも、脱炭性も十分に確保することができることを見出し、本発明を開発するに至った。

[0015] すなわち、本発明は、Ｃ：０．００２～０．１０ｍａｓｓ％、Ｓｉ：２．５～６．０ｍａｓｓ％、Ｍｎ：０．０１０～０．８ｍａｓｓ％を含有し、かつ、Ａｌ：０．０１０ｍａｓｓ％未満、Ｎ：０．００５０ｍａｓｓ％未満、Ｓｅ：０．００３０ｍａｓｓ％未満およびＳ：０．００５０ｍａｓｓ％未満を含有し、上記ＡｌとＮの質量比Ａｌ／Ｎが１．４以上であり、残部がＦｅおよび不可避的不純物からなる成分組成を有するスラブを熱間圧延し、熱延板焼鈍し、１回または中間焼鈍を挟む２回以上の冷間圧延し、脱炭焼鈍して鋼板表面にサブスケールを形成した後、該鋼板表面にＭｇＯを主体とする焼鈍分離剤を塗布し、仕上焼鈍を施す一連の工程からなる方向性電磁鋼板の製造方法において、上記脱炭焼鈍の加熱過程における７００～８００℃間のいずれかの温度をＴ１、８２０～９００℃間のいずれかの温度に設定された均熱温度をＴ２としたとき、５００～Ｔ１間の加熱速度Ｒ１を１００℃／ｓ以上、Ｔ１～Ｔ２間の加熱速度Ｒ２を１５℃／ｓ以下として加熱することを特徴とする方向性電磁鋼板の製造方法を提案する。

[0016] 本発明の方向性電磁鋼板の製造方法は、上記脱炭焼鈍における均熱温度Ｔ２に至るまでの雰囲気の酸素ポテンシャルP_{H2O}/P_{H2}を０．２０～０．５５の範囲とすることを特徴とする。

[0017] また、本発明の方向性電磁鋼板の製造方法は、上記脱炭焼鈍の均熱温度Ｔ２に到達してから８００℃以下に冷却されるまでの間に、均熱温度Ｔ２以上９００℃以下でかつ雰囲気の酸素ポテンシャルP_{H2O}/P_{H2}が０．１０以下である時間を５秒以上設けることを特徴とする。

[0018] また、本発明の方向性電磁鋼板の製造方法は、上記脱炭焼鈍後の鋼板表面の酸素目付量を片面あたり０．３０～０．７５ｇ／ｍ^{2}とすることを特徴とする。

[0019] また、本発明の方向性電磁鋼板の製造方法に用いる上記スラブは、上記成

分組成に加えてさらに、Ｃｒ：０．０１～０．５０ｍａｓｓ％、Ｃｕ：０．０１～０．５０ｍａｓｓ％、Ｐ：０．００５～０．５０ｍａｓｓ％、Ｎｉ：０．０１～１．５０ｍａｓｓ％、Ｓｂ：０．００５～０．５０ｍａｓｓ％、Ｓｎ：０．００５～０．５０ｍａｓｓ％、Ｍｏ：０．００５～０．１００ｍａｓｓ％、Ｂ：０．０００２～０．００２５ｍａｓｓ％、Ｎｂ：０．００１０～０．０１００ｍａｓｓ％およびＶ：０．００１～０．０１ｍａｓｓ％のうちから選ばれる１種または２種以上を含有することを特徴とする。

[0020] また、本発明の方向性電磁鋼板の製造方法は、上記冷間圧延以降のいずれかの工程において、鋼板表面に磁区細分化処理を施すことを特徴とする。

発明の効果

[0021] 本発明によれば、コイル全長にわたって鉄損特性とフォルステライト被膜の耐剥離性に優れる方向性電磁鋼板を安定して提供することが可能となる。

図面の簡単な説明

[0022] [図1]５００℃～温度Ｔ１までの加熱速度Ｒ１が鉄損$W_{17/50}$に及ぼす影響を示すグラフである。

[図2]温度Ｔ１および温度Ｔ１～８５０℃までの加熱速度Ｒ２がフォルステライト被膜の耐剥離性に及ぼす影響を示すグラフである。

[図3]脱炭焼鈍加熱時の雰囲気の酸素ポテンシャル$P_{H2O}／P_{H2}$が脱炭性およびフォルステライト被膜の耐剥離性に及ぼす影響を示すグラフである。

[図4]脱炭焼鈍後の酸素目付量が鉄損$W_{17/50}$およびフォルステライト被膜の耐剥離性に及ぼす影響を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0023] 脱炭焼鈍の加熱過程を急速加熱することで、鋼板の１次再結晶集合組織中のＧｏｓｓ方位が増加する理由は、低温で再結晶を進行させた場合には、｛１１１｝面方位が優先的に再結晶を起こすのに対し、高温で再結晶を進行させた場合には、｛１１１｝面方位に続いて再結晶が容易なＧｏｓｓ方位などの再結晶も促進されるためである。したがって、低温における再結晶を抑制するためには、高温までできるだけ短時間で加熱すること、すなわち、急速

加熱することが望ましい。

一方、鋼板を脱炭反応が進行する高温まで急速加熱することは、低温での脱炭を阻害するとともに、鋼板表層にシリカとファイアライトからなる緻密な酸化層が形成するのを妨げることとなり、その結果、仕上焼鈍におけるフォルステライト被膜の形成が不安定となる。

そこで、発明者らは、以下に説明する種々実験を重ねた結果、Ｇｏｓｓ方位が十分に形成される温度まで急速加熱した後に、加熱速度を落として脱炭焼鈍の均熱温度まで加熱することで、脱炭性の確保と、健全なフォルステライト被膜に必要な酸化層の形成を同時に両立させることが可能であることを見出した。

[0024] ＜実験１＞

まず、発明者らは、脱炭焼鈍の加熱過程を急速加熱することによって、良好な鉄損特性が得られる条件について検討するため、以下の実験を行った。

Ｃ：０．０４ｍａｓｓ％、Ｓｉ：３．２ｍａｓｓ％、Ｍｎ：０．０５ｍａｓｓ％、Ａｌ：０．００６ｍａｓｓ％、Ｎ：０．００３５ｍａｓｓ％、Ｓ：０．００１０ｍａｓｓ％、およびＳｅ：０．００１０ｍａｓｓ％を含有する鋼素材（スラブ）を熱間圧延して板厚２．２ｍｍの熱延板とし、１０３０℃×６０秒の熱延板焼鈍を施した後、冷間圧延して最終板厚０．２７ｍｍの冷延板とし、この冷延板から、圧延方向を長さ方向とする、幅１００ｍｍ×長さ３００ｍｍの試験片を多数切り出した。

次いで、上記試験片を酸素ポテンシャルP_{H2O}／P_{H2}＝０．３０の湿水素雰囲気中で、室温から６５０～７７０℃間の種々の温度Ｔ１まで、加熱速度Ｒ１を種々に変化して加熱した後、上記温度Ｔ１から８５０℃の均熱温度Ｔ２までの加熱速度を１０℃／ｓとして加熱し、その後、同一雰囲気中で８５０℃×１２０秒の均熱処理する脱炭焼鈍を施した。

次いで、上記脱炭焼鈍後の試験片表面にＭｇＯを主体とする焼鈍分離剤を塗布した後、８４０℃で３０時間保持して二次再結晶を起こさせる仕上焼鈍を施した。

斯くして得た仕上焼鈍後の試験片について、ＪＩＳ　Ｃ２５５０に準拠して磁束密度１．７Ｔ、励磁周波数５０Ｈｚにおける鉄損$W_{17/50}$を測定した。

[0025] 上記実験の結果を図１に示す。図１から、加熱速度Ｒ１が大きくなるにつれて、鉄損$W_{17/50}$が低減する傾向にあるが、$W_{17/50}$≦１．００Ｗ／ｋｇの良好な鉄損が得られるのは、加熱速度Ｒ１が１００℃／ｓ以上であることがわかる。また、加熱速度を１０℃／ｓに切り替える温度Ｔ１が７００℃未満になると、加熱速度Ｒ１を大きくしても良好な鉄損が得られないこともわかる。

[0026] ＜実験２＞

次に、加熱途中で加熱速度を低減させた場合の脱炭性とフォルステライト被膜の耐剥離性のバランスについて検討するため、以下の実験を行った。

実験１で得た板厚０．２７ｍｍの試験片を用いて、酸素ポテンシャルP_{H2O}／P_{H2}＝０．２８の湿水素雰囲気中で、５００℃から加熱速度Ｒ１を２００℃／ｓとして種々の温度Ｔ１（ただし、７００℃＜Ｔ１＜８５０℃）まで加熱した後、該温度Ｔ１から８５０℃の均熱温度Ｔ２までを種々の加熱速度Ｒ２で加熱し、その後、同一雰囲気中で８５０℃×１２０秒の均熱処理する脱炭焼鈍を施した。

次いで、上記脱炭焼鈍を同一条件で施した試験片のうちの１枚については、燃焼－赤外線吸収法を用いて脱炭焼鈍後の鋼板中の炭素濃度を同定し、それ以外の試験片については、脱炭焼鈍後の鋼板表面にＭｇＯを主体とする焼鈍分離剤を塗布した後、８４０℃で３０時間保持し二次再結晶を起こさせる仕上焼鈍を施した。

斯くして得た仕上焼鈍後の試験片について、ＪＩＳ　Ｃ２５５０に準拠して磁束密度１．７Ｔ、励磁周波数５０Ｈｚにおける鉄損$W_{17/50}$を測定するとともに、フォルステライト被膜の耐剥離性を評価するための試験に供した。この耐剥離性試験では、耐剥離性を、１０～１００ｍｍφまでの１０ｍｍ単位で直径が異なる複数の円柱状の棒に、３０ｍｍ幅に剪断した試験片を長手方向に巻き付けたときに、被膜剥離が生じなかった最小の直径（剥離径）で

評価した。ここで、被膜剥離の発生は、被膜が剥がれ落ちたり、被膜破壊によって白色の筋が試験片表面に発生したりしたときとした。なお、脱炭性は、脱炭焼鈍後のＣ濃度が０．００３０ｍａｓｓ％（３０ｍａｓｓｐｐｍ）以下を良好、耐剥離性は、剥離径が３０ｍｍφ以下を良好と評価した。

[0027] 図２に、温度Ｔ１と加熱速度Ｒ２が脱炭性および被膜の耐剥離性に及ぼす影響を示す。図２から、温度Ｔ１が８００℃を超えると脱炭不良を起こし、温度Ｔ１が７００～８００℃の範囲でも、加熱速度Ｒ２が１５℃／ｓを超えると耐剥離性が劣化することがわかる。

[0028] 上記の＜実験１＞および＜実験２＞の結果から、脱炭焼鈍で急速加熱する際の加熱速度Ｒ１は１００℃／ｓ以上とし、急速加熱を停止する温度Ｔ１は７００℃以上８００℃以下とし、かつ、温度Ｔ１から均熱温度Ｔ２までの加熱速度Ｒ２は１５℃／ｓ以下とすることで良好な鉄損特性を有しつつ、脱炭性と被膜の耐剥離性を確保できることがわかった。

[0029] 次いで、発明者らは脱炭焼鈍中の雰囲気が脱炭性とフォルステライト被膜の耐剥離性に及ぼす影響について調査・検討を行った。というのは、先述したように、脱炭焼鈍の加熱時の雰囲気は、脱炭性やフォルステライト被膜の形成に大きな影響を与える。上記実験結果に示されるように、脱炭焼鈍の急速加熱途中から加熱速度を低めることで、脱炭性と、耐剥離性に優れるフォルステライト被膜の形成とが両立できるようになる。しかし、より好適な加熱時の雰囲気と組み合わせることで、さらに良好な脱炭性と耐剥離性に優れるフォルステライト被膜の形成が可能になると考えられるからである。

[0030] ＜実験３＞

Ｃ：０．０４５ｍａｓｓ％、Ｓｉ：３．３ｍａｓｓ％、Ｍｎ：０．１ｍａｓｓ％、Ａｌ：０．００５０ｍａｓｓ％、Ｎ：０．００３０ｍａｓｓ％、Ｓ：０．０００５ｍａｓｓ％およびＳｅ：０．０００５ｍａｓｓ％を含有するスラブを、熱間圧延して板厚２．２ｍｍの熱延板とし、１１００℃×６０秒の熱延板焼鈍を施し、冷間圧延して最終板厚０．２７ｍｍの冷延板とし、この冷延板から、圧延方向を長さ方向とする、幅１００ｍｍ×長さ３００ｍｍ

の試験片を多数切り出した。

次いで、上記試験片を、種々の酸素ポテンシャルP_{H2O}/P_{H2}に調整した湿水素雰囲気中で、５００℃から温度Ｔ１（＝７２０℃）までを加熱速度Ｒ１（＝１８０℃／ｓ）で加熱した後、上記温度Ｔ１から８５０℃の均熱温度Ｔ２までの加熱速度を１０℃／ｓとして加熱し、その後、P_{H2O}/P_{H2}＝０．３９に調整した湿水素雰囲気中で８５０℃×１２０秒の均熱処理する脱炭焼鈍を施した。

次いで、上記脱炭焼鈍を同一条件で施した試験片のうちの１枚については、燃焼－赤外線吸収法を用いて脱炭焼鈍後の鋼板中の炭素濃度を同定し、それ以外の試験片については、脱炭焼鈍後の鋼板表面にＭｇＯを主体とする焼鈍分離剤を塗布した後、８４０℃で３０時間保持し二次再結晶を起こさせる仕上焼鈍を施した。

斯くして得た仕上焼鈍後の試験片について、実験２と同様にしてフォルステライト被膜の耐剥離性を評価した。

[0031] 図３に、加熱時の雰囲気の酸素ポテンシャルP_{H2O}/P_{H2}が、脱炭焼鈍後のＣ濃度およびフォルステライト被膜の耐剥離性に及ぼす影響を示す。図３から、温度Ｔ２以下の雰囲気の酸素ポテンシャルP_{H2O}/P_{H2}を０．２０以上０．５５以下の範囲に制御することで、良好な脱炭性と耐剥離性とを得ることができることがわかる。

[0032] 次いで、発明者らは、脱炭焼鈍の急速加熱の途中から加熱速度を下げる本発明の方法において、さらに鉄損を低減する方法について検討を行った。

脱炭焼鈍の加熱過程における雰囲気の酸化性を低くした場合には、加熱過程で形成される初期酸化層の形成が遅れるため、脱炭焼鈍の高温均熱段階での鋼板の地鉄と酸化性雰囲気の反応が進行しやすくなり脱炭焼鈍後の酸素目付量が増大する。一方、加熱過程の酸化性を高くした場合には、加熱途中に緻密な酸化層が形成されるが、この緻密な酸化層は脱炭を阻害するため、脱炭焼鈍の均熱温度に達してからの地鉄の酸化は抑制されて、脱炭焼鈍後の酸素目付量は減少する。

[0033] また、仕上焼鈍を施す際に、上記のような緻密な酸化層が存在すると、焼鈍雰囲気の不活性ガスとして用いられる窒素が被膜を介して地鉄中に侵入するのを抑制するため、鋼中のＡｌと結合してＡｌＮが析出するのを防止する効果がある。先述したように、上記の窒化が進行して鋼中にＡｌＮが大量に形成された場合、もともと、素材成分として含有するＡｌやＮが少ないインヒビターレスの方向性電磁鋼板では、仕上焼鈍における一次再結晶粒の粒成長に対する抑制力が強くなり過ぎ、Ｇｏｓｓ方位以外の結晶粒が粒成長するおそれがある。

[0034] 急速加熱を行わない（加熱速度が２０℃／ｓ程度）場合には、鋼板表層の酸化層形成が脱炭に先んじて生じるため、緻密な酸化層を加熱初期で形成させることは、後の脱炭を考えると望ましくない。一方、急速加熱を行う場合には、比較的高温まで酸化層の形成が抑制されるため、初期酸化層の形成と脱炭が同時に進行すると考えられる。したがって、鋼板表層に緻密な酸化層を形成したとしても、脱炭性を十分に確保でき、仕上焼鈍での窒素の鋼中への侵入も抑制できるので、より鉄損の低減が期待できる。そこで、上記の仮説を検証する、以下の実験を行った。

[0035] ＜実験４＞

Ｃ：０．０４ｍａｓｓ％、Ｓｉ：３．３ｍａｓｓ％、Ｍｎ：０．０８ｍａｓｓ％、Ａｌ：０．０４５ｍａｓｓ％、Ｎ：０．００２５ｍａｓｓ％、Ｓ：０．００１０ｍａｓｓ％およびＳｅ：０．００１５ｍａｓｓ％を含有するスラブを熱間圧延して板厚２．２ｍｍの熱延板とし、１０４０℃×６０秒の熱延板焼鈍を施した後、冷間圧延して最終板厚０．２７ｍｍの冷延板とし、この冷延板から、圧延方向を長さ方向とする、幅１００ｍｍ×長さ３００ｍｍの試験片を多数切り出した。

次いで、上記試験片を、種々の酸素ポテンシャル$P_{H2O}／P_{H2}$に調整した湿水素雰囲気中で、５００℃から温度Ｔ１（＝７１０℃）までを加熱速度Ｒ１（＝２００℃／ｓ）で加熱した後、上記温度Ｔ１から８５０℃の均熱温度Ｔ２までの加熱速度を８℃／ｓとして加熱し、その後、$P_{H2O}／P_{H2}$＝０．２９

に調整した湿水素雰囲気中で８５０℃×１２０秒の均熱処理する脱炭焼鈍を施した。

次いで、上記脱炭焼鈍後の試験片から、各条件につき１枚を抜き出し、上記の方法で脱炭焼鈍後の炭素濃度を同定した。また、同じ試験片を用いて、融解－赤外線吸収法により脱炭焼鈍後の鋼板の酸素濃度を同定し、全酸素が鋼板両面の表層にそれぞれ均等に分布しているものと仮定して、片面あたりの酸素目付け量を算出した。

一方、残された試験片については、脱炭焼鈍後の鋼板表面にＭｇＯを主体とする焼鈍分離剤を塗布した後、８４０℃で３０時間保持し二次再結晶を起こさせる仕上焼鈍を施した。

斯くして得た仕上焼鈍後の試験片について、実験１と同様にして鉄損$W_{17/50}$を測定するとともに、実験２と同様にしてフォルステライト被膜の耐剥離性を評価した。なお、上記鉄損値は、１条件当たり１０枚測定し、その平均値を求めた。

[0036] 図４は、脱炭焼鈍後の鋼板片面あたりの酸素目付量が、鉄損$W_{17/50}$およびフォルステライト被膜の耐剥離性に及ぼす影響を示すものである。片面あたりの酸素目付量を０．７５ｇ／ｍ^{2}より低くすることで、鋼板表層に緻密な酸化層が形成され、脱炭焼鈍の加熱過程におけるヒートパターンを変更することなく、より良好な鉄損が得られていることがわかる。ただし、酸素目付量が０．３０ｇ／ｍ^{2}を下回っても耐剥離性は劣化する。これは、酸素目付量が０．３０ｇ／ｍ^{2}未満では、脱炭焼鈍で形成されるサブスケール中のシリカの絶対量が少なくなり過ぎ、仕上焼鈍で形成されるフォルステライト被膜の量が不足するからであると考えられる。

本発明は上記の新規な知見に基づくものである。

[0037] 次に、本発明の方向性の電磁鋼板の製造に用いる鋼素材（スラブ）の成分組成について説明する。

Ｃ：０．００２～０．１０ｍａｓｓ％

Ｃは、Ｇｏｓｓ方位結晶粒の発生に有用な成分であり、かかる作用を有効

に発現させるためには、０．００２ｍａｓｓ％以上の含有を必要とする。一方、０．１０ｍａｓｓ％を超えると、脱炭焼鈍で脱炭不良を起こし、製品板が磁気時効を起こす原因となる。よって、Ｃは０．００２～０．１０ｍａｓｓ％の範囲とする。好ましくは０．０１～０．０８ｍａｓｓ％の範囲である。

[0038] Ｓｉ：２．５～６．０ｍａｓｓ％

Ｓｉは、鋼の比抵抗を高め、鉄損を低減させるのに必要な元素であるが、２．５ｍａｓｓ％未満では上記効果が十分ではなく、一方、６．０ｍａｓｓ％を超えると鋼の加工性が劣化し、圧延することが困難となる。よってＳｉは２．５～６．０ｍａｓｓ％の範囲とする。好ましくは２．９～５．０ｍａｓｓ％の範囲である。

[0039] Ｍｎ：０．０１～０．８ｍａｓｓ％

Ｍｎは、熱間加工性を改善するために必要な元素であるが、０．０１ｍａｓｓ％未満では、上記効果は十分に得られず、一方、０．８ｍａｓｓ％を超えると、二次再結晶後の磁束密度が低下するようになる。よって、Ｍｎは０．０１～０．８ｍａｓｓ％の範囲とする。好ましくは０．０５～０．５ｍａｓｓ％の範囲である。

[0040] また、本発明に用いる鋼素材は、インヒビターを形成する成分であるＡｌ，Ｎ，ＳｅおよびＳは、ＡｌＮやＭｎＳ、ＭｎＳｅ等の微細析出物（インヒビター）を形成して、一次再結晶粒の粒成長に対する過剰な抑制力を発現し、Ｇｏｓｓ方位の二次再結晶が不安定化して磁気特性の劣化を招くため、これらの成分はできるだけ低減するのが望ましい。そこで、本発明では、製造コストの大きな上昇を招かない範囲で、Ａｌ：０．０１ｍａｓｓ％未満、Ｎ：０．００５０ｍａｓｓ％未満、Ｓｅ：０．００３０ｍａｓｓ％未満およびＳ：０．００５０ｍａｓｓ％未満に制限する。

[0041] Ａｌ／Ｎ：１．４以上

また、上記ＡｌとＮの質量比Ａｌ／Ｎは、１．４以上とする必要がある。Ａｌ／Ｎが１．４未満であると、Ａｌに対するＮが過剰となるために、フリ

ーな窒素が鋼中の微量な不純物と窒化物を形成し、二次再結晶におけるインヒビター効果を強めて、Ｇｏｓｓ方位の優先成長性を阻害するおそれがあるからである。好ましいＡｌ／Ｎは２以上である。

[0042] また、本発明に用いる鋼素材は、上記成分に加えてさらに、鉄損を低減する目的で、Ｃｒ：０．０１～０．５０ｍａｓｓ％、Ｃｕ：０．０１～０．５０ｍａｓｓ％およびＰ：０．００５～０．５０ｍａｓｓ％のうちから選ばれる１種または２種以上を、また、磁束密度を向上する目的で、Ｎｉ：０．０１０～１．５０ｍａｓｓ％、Ｓｂ：０．００５～０．５０ｍａｓｓ％、Ｓｎ：０．００５～０．５０ｍａｓｓ％、Ｍｏ：０．００５～０．１００ｍａｓｓ％、Ｂ：０．０００２～０．００２５ｍａｓｓ％、Ｎｂ：０．００１０～０．０１０ｍａｓｓ％およびＶ：０．００１～０．０１０ｍａｓｓ％のうちから選ばれる１種または２種以上を含有していてもよい。それぞれの元素の添加量が上記下限値より少ない場合には、磁気特性の向上効果が小さく、一方、上記上限値を超える場合には、二次再結晶粒の発達が抑制されて磁気特性が劣化するようになるからである。

[0043] 上記成分以外の残部は、Ｆｅおよび不可避的不純物であるが、本発明の効果を害しない範囲内であれば、上記以外の成分の含有を拒むものではない。

[0044] 次に、本発明の方向性電磁鋼板の製造方法について説明する。

本発明に用いる鋼素材（スラブ）は、上記成分組成を有する鋼を公知の精錬プロセスで溶製した後、連続鋳造法または造塊－分塊圧延法で、連続鋳造法で製造するのが好ましい。また、１００ｍｍ以下の厚さの薄鋳片を、直接鋳造法で製造してもよい。

[0045] 上記スラブは、通常の方法で所定の温度に再加熱して熱間圧延するが、上記再加熱温度は１２５０℃以下の温度とすることがコストの面で有利である。なお、上記スラブは、連続鋳造後、再加熱せずに直ちに熱間圧延してもよい。また、薄鋳片の場合には、熱間圧延を省略してそのまま以後の工程に進めてもよい。

[0046] 次いで、上記熱延後の鋼板（熱延板）には、良好な磁気特性を得るため、

熱延板焼鈍を施す。焼鈍温度は、８００～１１５０℃の範囲とするのが好ましい。８００℃未満では、熱延で形成されたバンド組織が残留し、整粒の一次再結晶組織を得ることが難しく、二次再結晶の発達が阻害される。一方、１１５０℃を超えると、熱延板焼鈍後の粒径が粗大化し過ぎて、やはり、整粒の一次再結晶組織を得ることが難しくなるからである。

[0047] 上記熱延板焼鈍後の鋼板は、１回または中間焼鈍を挟む一回以上の冷間圧延により最終板厚の冷延板とする。上記中間焼鈍を行う場合の焼鈍温度は、９００～１２００℃に範囲とするのが好ましい。９００℃未満では、再結晶粒が微細化して、一次再結晶組織におけるＧｏｓｓ方位核が減少し、磁気特性の低下を招く。一方、１２００℃を超えると、熱延板焼鈍と同様、粒径が粗大化し過ぎるため、整粒の一次再結晶組織を得ることが難しくなるである。

[0048] 最終板厚に圧延する最終冷間圧延は、圧延時の鋼板温度を１００～３００℃に上昇させて行う温間圧延を採用したり、冷間圧延の途中で１００～３００℃の範囲での時効処理を１回または複数回施したりすることが、一次再結晶集合組織を改善して、製品板の磁気特性を向上するのに有効である。

[0049] 最終板厚に圧延した冷延板は、その後、本発明において最も重要な脱炭焼鈍を施す。

この脱炭焼鈍の均熱温度Ｔ２は、脱炭性を確保する観点から８２０～９００℃の範囲とすることが好ましい。

[0050] 脱炭焼鈍の加熱過程は、５００℃から温度Ｔ１までの加熱速度Ｒ１を１００℃／ｓ以上とする必要がある。好ましくは１５０℃／ｓ以上である。加熱速度が１００℃／ｓ未満では、脱炭焼鈍後の一次再結晶集合組織中のＧｏｓｓ方位核が十分量に生成されず、２次再結晶粒の細粒化による鉄損低減効果を十分に得られない。

なお、急速加熱する方法については、上記の加熱速度が得られれば、特に制限はないが、例えば、誘導加熱による方法や、鋼板に電流を流して加熱する通電加熱による方法などが制御性の観点からは好ましい。

[0051] また、急速加熱を停止する温度Ｔ１は、７００～８００℃間のいずれかの温度である。温度Ｔ１が７００℃より低いと急速加熱による効果が十分に得られず、一方、８００℃より高いと脱炭不良を生じ易くなる。好ましくは７００～７６０℃間のいずれかの温度である。

[0052] また、温度Ｔ１から均熱温度Ｔ２までの加熱速度Ｒ２は１５℃／ｓ以下とする必要がある。加熱速度Ｒ２が１５℃／ｓより大きいと、仕上焼鈍で形成されるフォルステライト被膜が十分に形成されず、耐剥離性が劣化する。なお、加熱速度Ｒ２は１５℃／ｓ以下であればよいが、低すぎても脱炭焼鈍が長時間化して経済的に不利となるので、２℃／ｓ以上とすることが好ましい。より好ましくは５～１２℃／ｓの範囲である。

[0053] また、脱炭焼鈍中の雰囲気は、脱炭と鋼板表層への酸化層形成の観点から、湿水素雰囲気とする。雰囲気の酸素ポテンシャルP_{H2O}/P_{H2}は、脱炭性を確保するだけであれば０．２～０．６の範囲であればよいが、本発明では、良好な被膜の耐剥離性を得る観点から、０．２０～０．５５の範囲とするのが好ましい。より好ましくは０．２５～０．４０の範囲である。

[0054] また、脱炭焼鈍後の片面あたりの酸素目付量は、緻密な酸化層を形成させ、仕上焼鈍での窒素の鋼中への侵入を防ぐ観点からは０．７５ｇ／ｍ^{2}以下とすることが好ましく、一方、仕上焼鈍で形成されるフォルステライト被膜の絶対量を確保して、被膜の耐剥離性を確保する観点からは、下限を０．３０ｇ／ｍ^{2}とするのが好ましい。より好ましい脱炭焼鈍後の片面あたりの酸素目付け量は、０．３５～０．５５ｇ／ｍ^{2}の範囲である。

[0055] 均熱温度Ｔ２に達した後は、温度Ｔ２にて１３０秒程度の均熱処理を施し、脱炭を完了させるのが好ましい。ただし、上記均熱処理の時間は、前述した酸素目付量を調整する目的で変化させてよい。

[0056] また、均熱処理時の雰囲気の酸素ポテンシャルは、温度Ｔ２以下のときの雰囲気と同程度とするのが望ましいが、酸素目付量を調節する目的から、変化させてもよい。

[0057] さらに、本発明においては、脱炭焼鈍中に形成された酸化被膜の表層を還

元してシリカＳｉＯ$_2$を形成し、仕上焼鈍におけるフォルステライト被膜の形成を促進する観点から、脱炭焼鈍の均熱処理後に、温度Ｔ２以上９００℃以下の温度で、雰囲気の酸素ポテンシャルP_{H2O}/P_{H2}を０．１０以下の還元領域とした還元焼鈍を５秒以上設けることが好ましい。前記還元焼鈍を施すタイミングについては、特に制限はないが、冷却を開始する直前の脱炭焼鈍最終段階に設けることが好ましい。なお、還元焼鈍の雰囲気の酸素ポテンシャルP_{H2O}/P_{H2}は０．０８以下とするのがより好ましい。

[0058] 上記脱炭焼鈍後の鋼板は、その後、ＭｇＯを主体とする焼鈍分離剤を鋼板表面に塗布・乾燥した後、仕上焼鈍を施すことにより、二次再結晶組織を発達させると共にフォルステライト被膜を形成させる。なお、鋼板表面への焼鈍分離剤の塗布は、通常、スラリーとして塗布するが、水分を持ち込まない静電塗布を用いて行うことも有効である。

[0059] 仕上焼鈍は、二次再結晶を起こさせるため、８００℃以上で行うことが望ましい。また、二次再結晶を完了させるために８００℃以上の温度で２０時間以上保持すことが望ましい。二次再結晶のための好ましい保持温度は８５０～９５０℃の範囲である。また、フォルステライト被膜を形成させ、純化処理を施すためには、二次再結晶完了後、１２００℃程度まで昇温することが好ましい。

[0060] 仕上焼鈍後の鋼板は、その後、水洗やブラッシング、酸洗等で、鋼板表面に残留した焼鈍分離剤を除去した後、平坦化焼鈍を行い、形状を矯正することが鉄損低減のために有効である。

[0061] なお、鋼板を積層して使用する場合には、鉄損を改善するため、上記平坦化焼鈍前もしくは後に、鋼板表面に絶縁被膜を被成することが好ましい。また、鉄損をより低減するためには、上記絶縁被膜は、鋼鈑表面に張力を付与する張力付与型のものであることが好ましい。なお、上記絶縁被膜の被成に際しては、バインダーを介して張力付与被膜を塗布する方法や、物理蒸着法や化学蒸着法により無機物を鋼板表層に蒸着させてから塗布する方法を採用すると、被膜密着性に優れかつ著しい鉄損低減効果を有する被膜が得られる

。

[0062] さらに、より鉄損を低減するためには、磁区細分化処理を施すことが好ましい。磁区細分化する方法としては、一般的に実施されている、最終製品板にローラー加工等で線状の溝や歪領域を形成したり、電子ビームやレーザ、プラズマジェットなどを照射して線状の熱歪領域や衝撃歪領域を導入したりする方法や、最終板厚に圧延した冷延板の表面に、それ以降の工程においてエッチング加工等で溝を入れたりする方法を用いることができる。

実施例 1

[0063] Ｃ：０．０５ｍａｓｓ％、Ｓｉ：３．２ｍａｓｓ％、Ｍｎ：０．１ｍａｓｓ％、Ａｌ：０．００５ｍａｓｓ％、Ｎ：０．００２８ｍａｓｓ％、Ｓ：０．００１０およびＳｅ：０．００１０ｍａｓｓ％を含有するスラブを１２４０℃に再加熱した後、熱間圧延して板厚２．２ｍｍの熱延板とし、１０４０℃×６０秒の熱延板焼鈍を施した後、冷間圧延して板厚０．２７ｍｍの冷延コイルとした。

次いで、上記冷延コイルを種々の加熱条件で８４０℃まで加熱し、P_{H2O}／P_{H2}＝０．２８の湿水素雰囲気中で８４０℃×１３０秒の均熱処理する脱炭焼鈍を施した。この際、脱炭焼鈍後の鋼板からサンプルを採取し、燃焼－赤外線吸収法により、脱炭焼鈍後の炭素濃度を同定するとともに、融解－赤外線吸収法により、脱炭焼鈍後の片面あたりの酸素目付量を同定した。

次いで、上記脱炭焼鈍後の鋼板表面にＭｇＯを主体とする焼鈍分離剤を塗布・乾燥した後、８４０℃で３０時間保持して、二次再結晶を完了させる仕上焼鈍を施した。

次いで、上記仕上焼鈍後の各コイルの長手方向先端、中間および尾端から、圧延方向を長さ方向とする、幅１００ｍｍ×長さ３００ｍｍの試験片を、板幅方向に向かって各１０枚ずつ切り出し、ＪＩＳ　Ｃ２５５０に準じて磁束密度１．７Ｔ、励磁周波数５０Ｈｚにおける鉄損$W_{17/50}$を測定するとともに、試験片を直径の異なる種々の丸棒に長手方向に巻き付け、鋼板表層のフォルステライト被膜に剥離が発生しない最大径（剥離径）を測定し、耐剥離

性を評価した。

[0064] 表１に、上記脱炭焼鈍における加熱条件、脱炭焼鈍後の片面あたりの酸素目付量および脱炭焼鈍後の炭素濃度と、仕上焼鈍後の鋼板の鉄損$W_{17/50}$およびフォルステライト被膜の耐剥離性の評価結果を示す。なお、鉄損$W_{17/50}$はコイル先端、中間、尾端で採取した全試験片の測定値の平均値であり、耐剥離性は最悪値である。表１から、脱炭焼鈍の加熱条件が本発明に適合する鋼板では、いずれも優れた鉄損および耐剥離性が得られているとともに、酸素目付量を本発明の好適範囲内とすることで、さらに優れた鉄損が得られていることがわかる。

[0065]

[表1]

No.	脱炭焼鈍の加熱条件				脱炭焼鈍後の鋼板		製品板の特性		備考
	加熱速度R1 (℃/s)	温度T1 (℃)	加熱速度R2 (℃/s)	加熱時雰囲気の酸素ポテンシャル P_{H2O}/P_{H2}	片面当たりの酸素目付量 (g/m^2)	脱炭焼鈍後のC濃度 (mass%)	曲げ剥離性 (mm)	鉄損$W_{17/50}$ (W/kg)	
1	50	720	10	0.27	0.51	0.0012	20	1.210	比較例
2	50	720	20	0.27	0.52	0.0025	20	1.192	比較例
3	120	650	10	0.27	0.53	0.0018	20	1.160	比較例
4	120	720	10	0.27	0.48	0.0021	20	0.952	発明例
5	120	780	10	0.27	0.49	0.0020	20	0.965	発明例
6	120	830	10	0.27	0.56	0.0024	50	0.986	比較例
7	120	750	1	0.27	0.41	0.0009	20	0.976	発明例
8	120	750	5	0.27	0.45	0.0014	20	0.961	発明例
9	120	750	10	0.27	0.47	0.0021	20	0.953	発明例
10	120	750	20	0.27	0.38	0.0038	20	0.979	比較例
11	120	750	50	0.27	0.34	0.0046	20	0.997	比較例
12	120	750	10	0.75	0.18	0.0028	30	0.978	発明例
13	120	750	10	0.45	0.42	0.0028	30	0.946	発明例
14	120	750	10	0.30	0.53	0.0021	20	0.951	発明例
15	120	750	10	0.12	0.82	0.0014	20	0.991	発明例
16	150	710	9	0.45	0.41	0.0028	30	0.941	発明例
17	150	710	9	0.20	0.72	0.0019	20	0.962	発明例
18	200	720	5	0.28	0.45	0.0007	30	0.928	発明例
19	200	720	10	0.28	0.45	0.0015	30	0.924	発明例
20	200	720	12	0.28	0.46	0.0020	30	0.931	発明例
21	200	720	30	0.28	0.47	0.0039	30	1.085	比較例

実施例 2

[0066] C：0．04mass%、Si：3．2mass%、Mn：0．08mass%、Al：0．0070mass%、N：0．0035mass%、S

：０．００１０およびＳｅ：０．００１０ｍａｓｓ％を含有するスラブを１２３０℃に再加熱した後、熱間圧延して板厚２．２ｍｍの熱延板とし、１０４０℃×６０秒の熱延板焼鈍を施した後、冷間圧延して最終板厚０．２３ｍｍの冷延コイルとした。

次いで、上記冷延コイルをP_{H2O}／P_{H2}＝０．２９の湿水素雰囲気中で５００℃から温度Ｔ１（＝７１０℃）までの加熱速度を１５０℃／ｓとして加熱し、７１０℃から均熱温度Ｔ２（＝８４０℃）までを１０℃／ｓで加熱した。その後、P_{H2O}／P_{H2}＝０．３０の湿水素雰囲気中で、８４０℃×１００秒間の均熱処理する脱炭焼鈍を施し、さらに、温度および雰囲気の酸素ポテンシャルを、表２に示したように種々に変えた還元焼鈍を施した。

次いで、上記脱炭焼鈍後の鋼板表面にＭｇＯを主体とする焼鈍分離剤を塗布・乾燥した後、８５０℃で３０時間保持して、二次再結晶を完了させる仕上焼鈍を施した。

次いで、上記仕上焼鈍後の各コイルの長手方向先端、中間および尾端から、圧延方向を長さ方向とする、幅１００ｍｍ×長さ３００ｍｍの試験片を、板幅方向に向かって各１０枚ずつ切り出し、ＪＩＳ　Ｃ２５５０に準じて磁束密度１．７Ｔ、励磁周波数５０Ｈｚにおける鉄損$W_{17/50}$を測定するとともに、試験片を直径の異なる種々の丸棒に長手方向に巻き付け、鋼板表層のフォルステライト被膜に剥離が発生しない最大径（剥離径）を測定し、耐剥離性を評価した。

[0067] 表２に、耐剥離性および鉄損$W_{17/50}$の測定結果を併記した。なお、表２に示した鉄損$W_{17/50}$は、コイル先端、中間および尾端で採取した全試験片の測定値の平均値であり、また、耐剥離性は最悪値である。表２より、脱炭焼鈍後に、適正な条件の還元焼鈍を設けることで、さらに良好な鉄損特性と耐剥離性が得られることがわかる。

[0068]

[表2]

No.	脱炭焼鈍の均熱温度Ｔ２（℃/ｓ）	脱炭焼鈍後の還元焼鈍			製品板の特性		備 考
		処理温度（℃）	処理時間（ｓ）	雰囲気の酸素ポテンシャル P_{H2O}/P_{H2}	曲げ剥離性（mm）	鉄損$W_{17/50}$（W/kg）	
1	840	－	0	－	30	0.964	発明例
2	840	840	1	0.07	30	0.957	発明例
3	840	840	3	0.07	30	0.953	発明例
4	840	840	8	0.07	20	0.948	発明例
5	840	840	8	0.04	20	0.944	発明例
6	840	840	20	0.04	20	0.939	発明例
7	840	840	40	0.04	30	0.945	発明例
8	840	840	20	0.13	30	0.956	発明例
9	840	870	15	0.08	30	0.942	発明例
10	840	920	15	0.08	30	0.972	発明例

実施例 3

[0069] 表３に示した成分組成が異なる各種スラブを１２５０℃の温度に再加熱した後、熱間圧延して板厚２．２ｍｍの熱延板とし、１０４０℃×６０秒の熱延板焼鈍を施した後、冷間圧延して最終板厚０．２７ｍｍの冷延コイルとした。

次いで、上記冷延コイルをP_{H2O}/P_{H2}＝０．２７の湿水素雰囲気中で５００℃から温度Ｔ１（＝７１０℃）までの加熱速度を１８０℃／ｓとして加熱し、７１０℃から温度Ｔ２（＝８５０℃）までを１０℃／ｓで加熱し、その後、P_{H2O}/P_{H2}＝０．２８の湿水素雰囲気中で、８５０℃×１２０秒間の均熱処理する脱炭焼鈍を施した。

次いで、上記脱炭焼鈍後の鋼板表面にＭｇＯを主体とする焼鈍分離剤を塗布・乾燥した後、８４０℃で３０時間保持して、二次再結晶を完了させる仕上焼鈍を施した。

次いで、上記仕上焼鈍後の各コイルの長手方向先端、中間および尾端から、圧延方向を長さ方向とする、幅１００ｍｍ×長さ３００ｍｍの試験片を、板幅方向に向かって各１０枚ずつ切り出し、ＪＩＳ　Ｃ２５５０に準じて磁束密度１．７Ｔ、励磁周波数５０Ｈｚにおける鉄損$W_{17/50}$を測定し、全試験

片の平均値を求めた。

[0070] 表３に、上記の鉄損測定結果を併記した。表３から、本発明に適合する成分組成を有する鋼素材を用いることにより、優れた鉄損特性の方向性電磁鋼板が得られていることがわかる。

[0071]

[表3]

No.	化学成分 (mass%)									鉄損$W_{17/50}$ (W/kg)	備考
	C	Si	Mn	Al	N	S	Se	その他	Al/N		
1	0.14	3.10	0.08	0.008	0.0040	0.0010	0.0010	−	2.00	1.245	比較例
2	0.03	1.80	0.09	0.007	0.0040	0.0010	0.0010	−	1.75	1.481	比較例
3	0.05	3.20	0.95	0.005	0.0025	0.0020	0.0010	−	2.00	1.714	比較例
4	0.05	3.20	0.08	0.004	0.0040	0.0010	0.0020	−	1.00	1.124	比較例
5	0.04	3.20	0.08	0.020	0.0040	0.0015	0.0015	−	5.00	1.324	比較例
6	0.05	3.50	0.08	0.009	0.0080	0.0015	0.0020	−	1.13	1.435	比較例
7	0.05	3.30	0.08	0.006	0.0040	0.0100	0.0015	−	1.50	1.521	比較例
8	0.05	3.30	0.08	0.005	0.0020	0.0020	0.0090	−	2.50	1.648	比較例
9	0.04	3.20	0.09	0.006	0.0040	0.0030	0.0030	−	1.50	0.912	発明例
10	0.04	3.20	0.09	0.006	0.0040	0.0025	0.0025	Ni:0.06	1.50	0.907	発明例
11	0.03	3.20	0.05	0.006	0.0040	0.0020	0.0020	B:0.0007, Cr:0.03	1.50	0.909	発明例
12	0.02	3.20	0.05	0.006	0.0040	0.0015	0.0015	Sn:0.05, Nb:0.002, V:0.002	1.50	0.906	発明例
13	0.03	3.20	0.11	0.007	0.0040	0.0020	0.0020	Cu:0.09, P:0.05, Mo:0.01	1.75	0.902	発明例
14	0.04	3.20	0.08	0.006	0.0040	0.0020	0.0010	Sb:0.007, Cr:0.05, P:0.03	1.50	0.905	発明例

請求の範囲

[請求項1] Ｃ：０．００２～０．１０ｍａｓｓ％、Ｓｉ：２．５～６．０ｍａｓｓ％、Ｍｎ：０．０１０～０．８ｍａｓｓ％を含有し、かつ、Ａｌ：０．０１０ｍａｓｓ％未満、Ｎ：０．００５０ｍａｓｓ％未満、Ｓｅ：０．００３０ｍａｓｓ％未満およびＳ：０．００５０ｍａｓｓ％未満を含有し、上記ＡｌとＮの質量比Ａｌ／Ｎが１．４以上であり、残部がＦｅおよび不可避的不純物からなる成分組成を有するスラブを熱間圧延し、熱延板焼鈍し、１回または中間焼鈍を挟む２回以上の冷間圧延し、脱炭焼鈍して鋼板表面にサブスケールを形成した後、該鋼板表面にＭｇＯを主体とする焼鈍分離剤を塗布し、仕上焼鈍を施す一連の工程からなる方向性電磁鋼板の製造方法において、

上記脱炭焼鈍の加熱過程における７００～８００℃間のいずれかの温度をＴ１、８２０～９００℃間のいずれかの温度に設定された均熱温度をＴ２としたとき、５００～Ｔ１間の加熱速度Ｒ１を１００℃／ｓ以上、Ｔ１～Ｔ２間の加熱速度Ｒ２を１５℃／ｓ以下として加熱することを特徴とする方向性電磁鋼板の製造方法。

[請求項2] 上記脱炭焼鈍における均熱温度Ｔ２に至るまでの雰囲気の酸素ポテンシャルP_{H2O}／P_{H2}を０．２０～０．５５の範囲とすることを特徴とする請求項１に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[請求項3] 上記脱炭焼鈍の均熱温度Ｔ２に到達してから８００℃以下に冷却されるまでの間に、均熱温度Ｔ２以上９００℃以下でかつ雰囲気の酸素ポテンシャルP_{H2O}／P_{H2}が０．１０以下である時間を５秒以上設けることを特徴とする請求項１または２に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

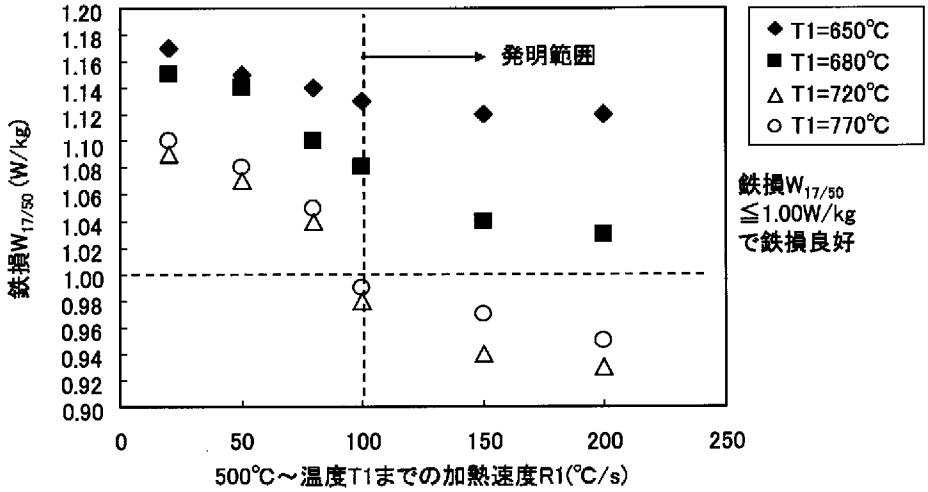
[請求項4] 上記脱炭焼鈍後の鋼板表面の酸素目付量を片面あたり０．３０～０．７５ｇ／m^2とすることを特徴とする請求項１～３のいずれか１項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[請求項5] 上記スラブは、上記成分組成に加えてさらに、Ｃｒ：０．０１～０．

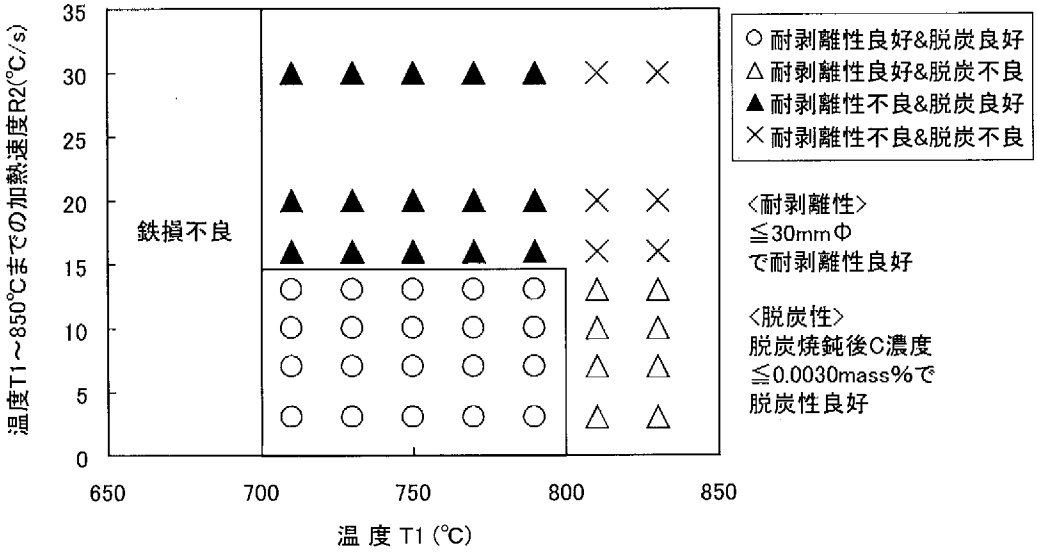
５０ｍａｓｓ％、Ｃｕ：０．０１～０．５０ｍａｓｓ％、Ｐ：０．００５～０．５０ｍａｓｓ％、Ｎｉ：０．０１～１．５０ｍａｓｓ％、Ｓｂ：０．００５～０．５０ｍａｓｓ％、Ｓｎ：０．００５～０．５０ｍａｓｓ％、Ｍｏ：０．００５～０．１００ｍａｓｓ％、Ｂ：０．０００２～０．００２５ｍａｓｓ％、Ｎｂ：０．００１０～０．０１００ｍａｓｓ％およびＶ：０．００１～０．０１ｍａｓｓ％のうちから選ばれる１種または２種以上を含有することを特徴とする請求項１～４のいずれか１項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[請求項6] 上記冷間圧延以降のいずれかの工程において、鋼板表面に磁区細分化処理を施すことを特徴とする請求項１～５のいずれか１項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

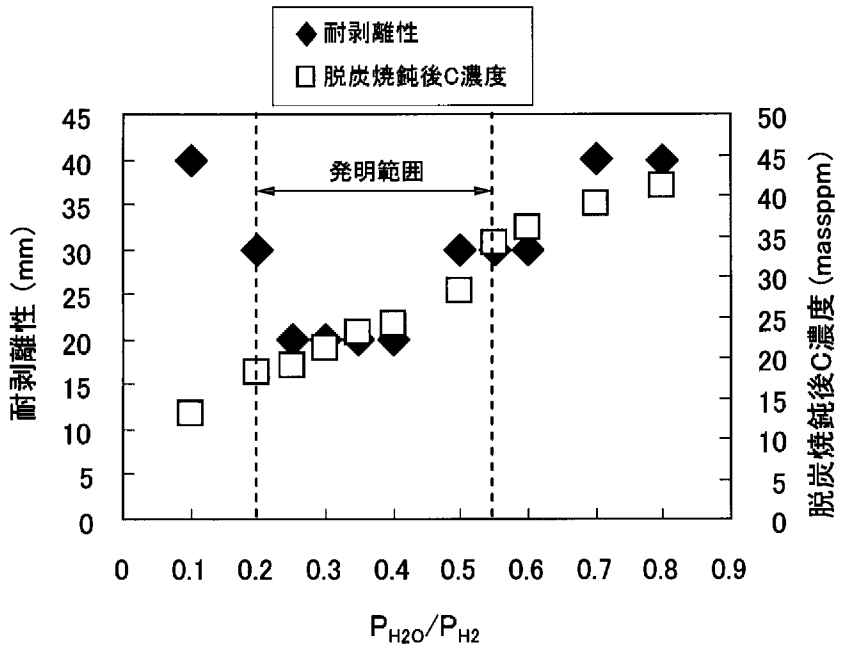
[図1]


1.20
1.18
1.16
1.14
1.12
1.10
1.08
1.06
1.04
1.02
1.00
0.98
0.96
0.94
0.92
0.90
鉄損W17/50 (W/kg)
0
50
100
150
200
250
500℃～温度T1までの加熱速度R1(℃/s)
発明範囲
◆ T1=650℃
■ T1=680℃
△ T1=720℃
○ T1=770℃
鉄損W17/50
≦1.00W/kg
で鉄損良好

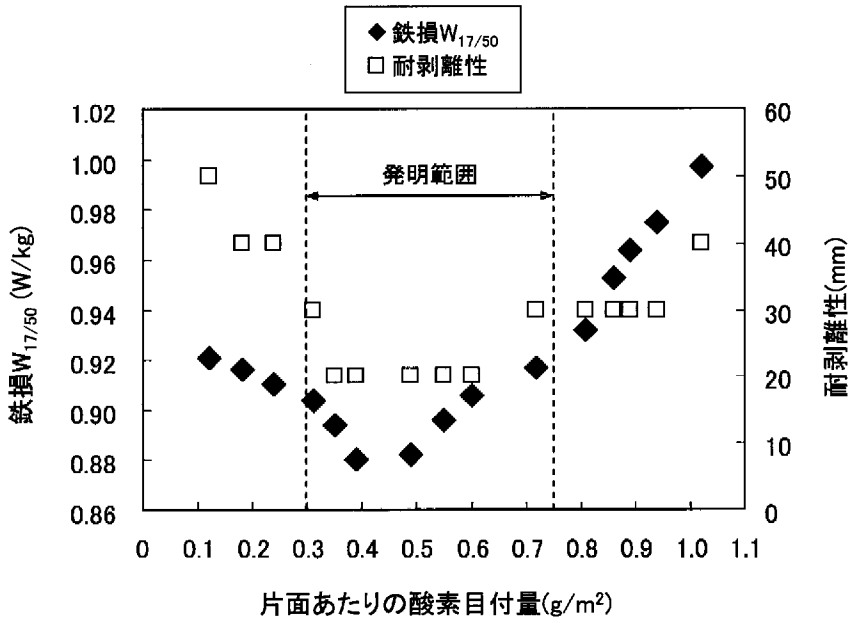
[図2]


35
30
25
20
15
10
5
0
温度T1～850℃までの加熱速度R2(℃/s)
650
700
750
800
850
温 度 T1 (℃)
鉄損不良
○ 耐剥離性良好&脱炭良好
△ 耐剥離性良好&脱炭不良
▲ 耐剥離性不良&脱炭良好
× 耐剥離性不良&脱炭不良
<耐剥離性>
≦30mmΦ
で耐剥離性良好
<脱炭性>
脱炭焼鈍後C濃度
≦0.0030mass%で
脱炭性良好

[図3]


◆耐剥離性
□脱炭焼鈍後C濃度
発明範囲
耐剥離性（mm）
脱炭焼鈍後C濃度（masspm）
P_{H2O}/P_{H2}

[図4]


◆鉄損$W_{17/50}$
□耐剥離性
発明範囲
鉄損$W_{17/50}$ (W/kg)
耐剥離性(mm)
片面あたりの酸素目付量(g/m²)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2015/063439

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C21D8/12(2006.01)i, *C21D9/46*(2006.01)i, *C22C38/00*(2006.01)i, *C22C38/60*(2006.01)i, *H01F1/16*(2006.01)i

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)
C21D8/12, C21D9/46, C22C38/00-38/60, H01F1/16

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	1996-2015
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2015	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2015

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 2012-177149 A (JFE Steel Corp.), 13 September 2012 (13.09.2012), paragraphs [0031], [0039] (Family: none)	1-6
A	JP 2012-126989 A (JFE Steel Corp.), 05 July 2012 (05.07.2012), claims & WO 2012/070249 A1 & US 2013/0263976 A1 & EP 2644716 A1 & RU 2013128954 A & MX 2013005804 A & CA 2818926 A1 & IN 201300942 P3 & TW 201229253 A & CN 103228801 A & KR 10-2013-0106407 A	1-6

☒ 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
03 August 2015 (03.08.15)	11 August 2015 (11.08.15)

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
Japan Patent Office 3-4-3,Kasumigaseki,Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915,Japan	Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2015/063439

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2011-174138 A (JFE Steel Corp.), 08 September 2011 (08.09.2011), claims & WO 2011/105054 A1 & US 2013/0074996 A1 & EP 2540844 A1 & RU 2012140409 A & IN 201202055 P3 & TW 201130996 A & CN 102812133 A & KR 10-2012-0118494 A	1-6

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１５／０６３４３９

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C21D8/12(2006.01)i, C21D9/46(2006.01)i, C22C38/00(2006.01)i, C22C38/60(2006.01)i, H01F1/16(2006.01)i

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.　C21D8/12, C21D9/46, C22C38/00-38/60, H01F1/16

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	１９７１－２０１５年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１５年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１５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 2012-177149 A（ＪＦＥスチール株式会社）2012.09.13, 段落【0031】,【0039】（ファミリーなし）	1-6
A	JP 2012-126989 A（ＪＦＥスチール株式会社）2012.07.05, 特許請求の範囲 & WO 2012/070249 A1 & US 2013/0263976 A1 & EP 2644716 A1 & RU 2013128954 A & MX 2013005804 A & CA 2818926 A1 & IN 201300942 P3 & TW 201229253 A & CN 103228801 A & KR 10-2013-0106407 A	1-6

☑　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 ０３．０８．２０１５	国際調査報告の発送日 １１．０８．２０１５
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）　４Ｋ　９７３１ 佐藤　陽一 電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４３５

Ｃ（続き）．　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 2011-174138 A（ＪＦＥスチール株式会社）2011.09.08, 特許請求の範囲 & WO 2011/105054 A1 & US 2013/0074996 A1 & EP 2540844 A1 & RU 2012140409 A & IN 201202055 P3 & TW 201130996 A & CN 102812133 A & KR 10-2012-0118494 A	1-6