

PCT

世界知的所有権機関

国際事務局



特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(51) 国際特許分類6 C21D 8/12			A1	(11) 国際公開番号 WO 95/13401
				(43) 国際公開日 1995年5月18日 (18.05.95)
(21) 国際出願番号 PCT/KR94/00160				(72) 発明者; および
(22) 国際出願日 1994年11月9日 (09.11.94)				(75) 発明者 / 出願人 (米国についてののみ)
(30) 優先権データ				崔 圭昇(CHOI, Gyu Seung)[KR/KR]
特願1993/23751	1993年11月9日 (09.11.93)	KR		李 青山(LEE, Chung San)[KR/KR]
特願1994/21388	1994年8月29日 (29.08.94)	KR		禹 宗秀(WOO, Jong Soo)[KR/KR]
特願1994/21389	1994年8月29日 (29.08.94)	KR		洪 炳得(HONG, Byung Deug)[KR/KR]
特願1994/21390	1994年8月29日 (29.08.94)	KR		790-330 慶尚北道浦項市孝子洞山32番地
特願1994/21391	1994年8月29日 (29.08.94)	KR		財団法人 産業科学技術研究所内 Kyong Sang Book, (KR)
(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について)				(74) 代理人
浦項綜合製鐵株式會社				弁理士 田 俊恒(CHUN, Choon Hang)
(POHANG IRON & STEEL CO., LTD.)(KR/KR)				135-010 ソウル市江南區論岬洞277-27
790-300 慶尚北道浦項市槐東洞1 Kyong Sang Book, (KR)				景福ビル3層 Seoul, (KR)
財団法人 産業科学技術研究所				(81) 指定国
(RESEARCH INSTITUTE OF INDUSTRIAL SCIENCE & TECHNOLOGY)(KR/KR)				JP, US, 欧州特許(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).
790-330 慶尚北道浦項市孝子洞山32番地 Kyong Sang Book, (KR)				添付公開書類
				国際調査報告書
				請求の範囲の補正の期限前であり、補正書受領の際には再公開される。

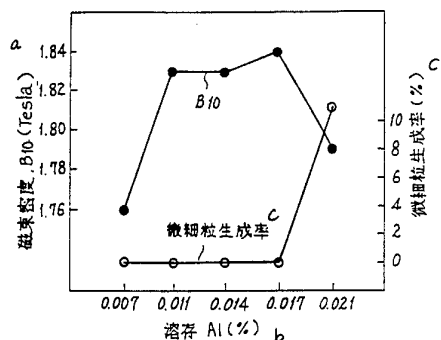
(54) Title : PRODUCTION METHOD OF DIRECTIONAL ELECTROMAGNETIC STEEL SHEET OF LOW TEMPERATURE SLAB HEATING SYSTEM

(54) 発明の名称 低温スラブ加熱方式の方向性電磁鋼板の製造方法

(57) Abstract :

(57) Abstract

This invention relates to a production method of a directional electromagnetic steel sheet used as a core material for a transformer, a motor, a generator, and other electromagnetic appliances. A component system is designed so that a directional electromagnetic steel sheet of a conventional system is heat-treated at approximately 1,250 to 1,300 °C which is the same slab heating temperature as in the treating condition of general steels, and is then hot rolled. In this way, the present invention only requires operation in existing production processes without reinforcing the installation or establishing a new one, and stably forms secondary recrystallization in the (110) [001] orientation by securing stably a grain growth restriction force. Therefore, the present invention provides an improved directional electromagnetic steel sheet production method in which a preliminary annealing step is omitted, decarbonization/annealing is carried out at an intermediate thickness and machining energy at a final rolling step is lowered, so as to obtain stable magnetic characteristics. The gist of the present invention resides in a method of producing a directional electromagnetic steel sheet comprising hot rolling, after heating, a slab having a composition consisting, in terms of wt.%, of 0.035 to 0.050 % of C, 2.9 to 3.3 % of Si, not greater than 0.015 % of P, 0.011 to 0.017 % of dissolved Al, 0.0080 to 0.012 % of N, not greater than 0.007 % of S, 0.06 to 0.18 % of Ni+Cr, not greater than 0.32 % of Mn satisfying the condition of Mn/S: 20 or more, not greater than 0.6 % of Cu satisfying the condition Cu/Mn: 1.5 or more, and the balance of Fe, at 1,250 to 1,320 °C, regulating the rolled sheet to a final thickness by two cold rolling operations including an intermediate decarbonization/annealing without conducting annealing of the hot rolled sheet, then effecting intermediate annealing and annealing using MgO as the principal component, applying a separating agent, and thereafter conducting final finish annealing to produce a directional electromagnetic steel sheet having excellent magnetic characteristics.



a: magnetic flux density

b: dissolved Al (%)

c: very fine grain formation rate (%)

(57) 要約

本発明は、変圧器、電動機、発電機およびその他電磁機器等の鉄芯材料として用いる方向性電磁鋼板の製造方法に関するものであって、在来式方向性電磁鋼板を一般鋼の処理条件と同一なスラブ加熱温度の1250-1300℃の付近において熱処理し熱間圧延を行うようにする成分系を設計することにより、既存の製造工程において、設備保完や新設しなくとも作業が可能であり、安定的な粒成長抑制力確保により(110)[001]方位の2次再結晶を安定的に形成させるため、予備焼鈍し工程を省き、中間の厚さで脱炭焼鈍しを行い、最終圧延時の加工エネルギーを下げる等の安定的な磁気特性を得ることのできる向上した方向性電磁鋼板の製造方法を提供するにその目的がある。

本発明は、方向性電磁鋼板を製造する方法において、重量%で、C:0.035-0.050%, Si:2.9-3.3%, P:0.015%以下、溶存Al:0.011-0.017%, N:0.0080-0.012%, S:0.007%以下、Ni+Cr:0.06-0.18%, Mn/S:20以上の条件を満たしたMn:0.32%以下、Cu/Mn:1.5以上の条件を満たすCu:0.6%以下および残部Feから構成された組成のスラブを1250-1320℃において、加熱後熱間圧延を行い熱延板焼鈍しを行わず中間の脱炭焼鈍しを含んだ2回の冷間圧延で最終の厚さに調整し、次いで、中間焼鈍しおよびMgOを主成分とする焼鈍し分離剤を塗布した後最終仕上げ焼鈍しを行い優秀な磁気特性を有する方向性電磁鋼板を製造する方法をその要旨とする。

情報としての用途のみ

PCTに基づいて公開される国際出願をパンフレット第一頁にPCT加盟国を同定するために使用されるコード

AM	アルメニア	DK	デンマーク	LI	リヒテンシュタイン	PT	ポルトガル
AT	オーストリア	EE	エストニア	LK	スリランカ	RO	ルーマニア
AU	オーストラリア	ES	スペイン	LR	リベリア	RU	ロシア連邦
BB	バルバドス	FI	フィンランド	LT	リトアニア	SD	スーダン
BE	ベルギー	FR	フランス	LU	ルクセンブルグ	SE	スウェーデン
BF	ブルキナ・ファソ	GA	ガボン	LV	ラトヴィア	SI	スロヴェニア
BG	ブルガリア	GB	イギリス	MC	モナコ	SK	スロヴァキア共和国
BJ	ベナン	GE	グルジア	MD	モルドバ	SN	セネガル
BR	ブラジル	GN	ギニア	MG	マダガスカル	SZ	スワジランド
BY	ベラルーシ	GR	ギリシャ	ML	マリ	TD	チャード
CA	カナダ	HU	ハンガリー	MN	モンゴル	TG	トーゴ
CF	中央アフリカ共和国	IE	アイルランド	MR	モーリタニア	TJ	タジキスタン
CG	コンゴ	IT	イタリア	MW	マラウイ	TT	トリニダード・トバゴ
CH	スイス	JP	日本	MX	メキシコ	UA	ウクライナ
CI	コート・ジボアール	KE	ケニア	NE	ニジェール	UG	ウガンダ
CM	カメルーン	KG	キルギスタン	NL	オランダ	US	米国
CN	中国	KP	朝鮮民主主義人民共和国	NO	ノルウェー	UZ	ウズベキスタン共和国
CZ	チェコ共和国	KR	大韓民国	NZ	ニュージーランド	VN	ヴェトナム
DE	ドイツ	KZ	カザフスタン	PL	ポーランド		

明 細 書

低温スラブ加熱方式の方向性電磁鋼板の製造方法

技術分野

本発明は、変圧器、電動機、発電機およびその他電子機器等の鉄
5 芯材料として用いられる方向性電磁鋼板の製造方法に関するもの
であって、より詳しくは、特定成分から組成の鋼スラブを従来の加
熱温度より低い温度で加熱して熱間圧延を行った後、2次再結晶安
定化工程を経て優秀な磁気的特性を有する方向性電磁鋼板を製造す
る方法に関するものである。

10 背景技術

方向性電磁鋼板は結晶粒の方位が(110)[001]方向へ整列の集
合組織を有し、この製品は圧延方向へ至って優秀なる磁気的特性を
有するため、この特性を利用して変圧器、電動機、発電機およびそ
15 他電子機器等の鉄芯材料として用いられる。この(110)[001]
集合組織は2次再結晶現状を利用して得られるが2次再結晶は普通
の再結晶により生じた微細な結晶粒中から特定方位の核即ち(110)
[001]の方位を有する核が試片全体に異常成長したものであって、
このような特定方位の2次再結晶率の円滑な成長のためには1次再
20 結晶粒の成長を抑制する必要がある、そのためにMnS, AlN, BN等の析
出物が主に用いられている。

方向性電磁鋼板製品は磁気的特性値を基準として二つに分けるこ
とができる。40年代初頃米国のArmco社により商業生産を開始した
以来60年代に殆ど完成の在来式方向性鋼板で
あって、これは磁化容易方向である[001]方向が圧延方向から7
25 °程の偏差を有し、磁束の密度は B_{10} 基準1.80-1.86 テスラ(Tes-
la)水準の特性を有する。その後70年代日本のNSC社により開発
の在来式方向性電磁鋼板より磁気的性質が遥かに優秀な高磁束密度
方向性電磁鋼板、即ち、磁束密度 B_{10} 値が1.89テスラ以上に[001]
方向が圧延方向から3°程度の偏差しか有しないより高効率の特
30 性を有する製品に大別することができる。

方向性電磁鋼板の製造工程は一般的に2-4%の硅素と粒成長抑制剤として殆ど MnS や MnSe , AlN を含有することを特徴として溶解しスラブを造った後（再加熱および熱間圧延）－（予備焼鈍）－（1次冷間圧延）－（中間焼鈍）－（2次冷間圧延）－（脱炭焼鈍）－
5 （焼鈍分離剤塗布）－（最終高温焼鈍）－（張力コーティン処理）等の複雑な工程を経たり，予備焼鈍後1回の強圧延により最終厚みに調整後脱炭焼鈍を経る二種類の方法により最終の製品として完成される。

10 方向性電磁鋼板の複雑な製造工程中，製造上の最も難しい問題を抱えている工程が高温において，熱処理を行うスラブ再加熱工程である。このスラブ再加熱工程は粒成長抑制剤として用いられる MnS や AlN 等の析出物等が完全に固溶分散の後微細に析出されるように行われるが，これのためには 1400°C 程度の高温において5時間程の
15 維持が不可避になる。この時高温のスラブ表面には空気との酸化反応に拠り Si および Fe 成分の酸化物が複合のファイアライト（Fayalite, $2\text{FeO} \cdot \text{SiO}_2$ ）と言う酸化物が形成されこの酸化物は融点が 1300°C 程度に低いいため表面から溶け下りるようになる。このとき溶け下りる鉄湯は外へ流下するように設計しているが路上部の耐火物等に
20 蓄積され作業終了と同時に内部修理が不可避にある。従って連続作業を主特徴とする製鉄所では作業性不良，生産性減少，原価上昇等の途方も無く酷い経済的負担を抱えている。従ってスラブが溶けない温度である 1300°C 以下即ち一般鋼の再加熱条件である $1250-1280^{\circ}\text{C}$ 付近で作業が可能であれば他製品との作業干渉も無くなる等の大
25 した利益を期待することができる。

スラブの低温再加熱化についての努力は多くの製造社等の総力的な関心の中に進行されており，いろいろな方法が提示されている。これらの提案は再加熱温度をスラブが溶けない最高温度（約 $1300-1320^{\circ}\text{C}$ ）以下において行うことを原則として要求する磁気的特性を
30 確保するのである。この基本成分系の調整，即ち低温再加熱からし

でも (110) [001] 方位の 2 次再結晶を形成させることのできる適正粒成長抑制剤の選定が中心となっておりこの成分設計に付加して製造工程中の析出物管理技法等が必須的に提案されている。

これに関連する公知技術としては

5 平成 1-230721

〃 1-283324

〃 4-235222

〃 4-173923

〃 3-294427

10 昭和 59-56522

〃 59-190325

これらは全て磁束密度値を B_{10} 基準で 1.89 テスラ以上級の高磁束密度方向性電磁鋼板用を対象にし、実際的な目標再加熱温度は 1200℃ 以下で普通 1150℃ において処理をしておりこの技術の核心として

15 高い磁束密度値を確保するために粒成長抑制剤成分の一つである N 成分を工程中に補充する為に脱炭焼鈍し工程後素材内に窒素を含浸させる浸窒化処理技法が必須的に追加されている。したがって、これらの技術等は製鉄所一般鋼の再加熱温度である 1250-1280℃ より

20 反って低い温度で管理することによって相互干渉があり、浸窒処理

反応のための追加設備が不可避で原価負担が多く、特に再加熱温度が低い状態であるのにも拘らず強い粒成長抑制力確保のために 1 回強圧延法の採択により工程管理が極めて難しくなることによりロット別磁性偏差が甚だしく現れ実収率が低くなる。したがって、低温

25 再加熱方法の適用は高価販売が可能な高級材製品即ち、高磁束密度

級方向性電磁鋼板に限定して適用することが不可避であった。一方、

米国の ALSCO 社は日本公開特許公報昭 57-158322 号において低温再加熱操業を基本として Mn/S 比を適正制御することにより電磁鋼板製造が可能なるものと報告しているが適正粒成長抑制力 (Inhibition strength) の管理が難しくで安定的な磁性の確保が不可能であった。

30 本発明は在来式方向性電磁鋼板を一般鋼の処理条件と同一なスラ

ブ加熱温度である1250 -1320℃付近で熱処理して熱間圧延を行うようにする成分系を設計することにより、既存の製造工程において、設備補完や新設が無くとも作業が可能であり、安定的な粒成長抑制力確保により(110)[001] 防衛の2次再結晶を安定的に形成させるため予備焼鈍し工程を省き中間厚さで脱炭焼鈍しを行って最終圧延時の加工エネルギーを低くする等の安定的な磁気的特性を得ることのできる向上の方向性電磁鋼板の製造方法を提供しようとするにその目的がある。

本発明の他の目的は方向性電磁鋼板の製造方法において最終高温
10 焼き鈍しの際一定温度区間の昇温速度を適切に制御することにより1次再結晶粒を微細に管理して2次再結晶の駆動力を確保させることにより最終厚みへの冷間圧延後行う中間回復焼鈍し工程自体を省くと言えとも通常の方
向性電磁鋼板と同等またはそれ以上の磁気的特性を確保することのできる方向性電磁鋼板の製造方法を提供し
15 うとするにある。

本発明の更に他の目的は中間回復焼鈍しの工程の雰囲気を経験の完全乾燥雰囲気の下に、酸化物形成が可能なるように、湿潤雰囲気に管理し、相対的に酸化物形成に有利なるように焼鈍し温度を上向
20 きにしてガラス被膜形成に有利な最適中間焼鈍し条件を与えることによって優秀な磁気的性質と共に優秀なるガラス被膜特性を有する方向性電磁鋼板を製造することにある。

本発明の更に他の目的は根本的であり更に必須的な強い粒成長抑制力
25 制力を保つため溶存Al量を高くし、中間工程における析出物管理を最適化し、最終再結晶形成工程である仕上げ焼鈍し工程の加熱形態を厳しく制御することによって、より向上した磁束密度B₁₀ 基準として1.89 Tesla以上の高磁束密度級方向性電磁鋼板を製造しようとするにある。

5

本発明の更に他の目的は目標成分範囲から多少外れても製品化させなければならない生産工程への欲求を満足させるため初期製鋼時の溶存Al含量が低い組成の成分系を利用して同一なる工程条件において作業を行っても最終仕上げの高温焼鈍しの昇温中の雰囲気ガスを制御することにより最終2次再結晶形成に有効なAlN析出物を確保することのできる溶存Al量とN量との適性バランスを保つことによって製品の長さ方向への磁気的特性が通常成分材に比して遥かに安定化した方向性電磁鋼板を製造するにある。

発明の開示

10 本発明は、方向性電磁鋼板を製造するにおいて、重量%で、C:0.035-0.050%, Si:2.9-3.3%, P:0.015% 以下、溶存Al:0.011-0.017%, N:0.0080-0.012%, S:0.007%以下、NiとCrとの単独または複合:0.06-0.18%, Mn:0.32% 以下Cu:0.6% 以下、残部Feおよびその他不可避な不純物から組成され、Mn/S重量比が20.0以上であり、Cu/Mn重量比が
15 1.5 以上である鋼スラブを1250-1320℃の温度区間において加熱して熱間圧延した後、脱炭素焼鈍しを含んだ2回の冷間圧延により最終の厚みに調整した後、中間焼鈍しおよびMgOを主成分とする焼鈍し分離剤を塗布した後最終仕上げ高温焼鈍し処理して優秀な磁気特性を有する方向性電磁鋼板を製造する方法に関するものである。

20 更に、本発明は上記製造方法において、中間回復焼鈍しを省く代わりに上記最終仕上げ高温焼鈍し時400-700℃における昇温速度を50℃/hr 以下に保ち方向性電磁鋼板を製造する方法に関する。

更に、本発明は上記製造方法において、上記中間回復焼鈍しを600-750℃の温度区間および P_{H_2O}/P_{H_2} が0.62-0.88である湿潤雰囲気の下に45秒-2分間行ってガラス被膜特性が優秀な方向性電磁鋼板
25 を製造する方法に関する。

更に、本発明は上記製造方法において、最終仕上げ高温焼鈍し時400-700℃における昇温速度を20℃/hr 以上に保って方向性電磁鋼板を製造する方法に関する。

30 更に、本発明は低温スラブ加熱方式により方向性電磁鋼板を製造

する方法において、重量％で、C:0.020-0.050%, Si:2.9-3.3%, P:0.016% 以下、溶存 Al:0.018-0.030%, N:0.0080-0.012%, S:0.007% 以下、NiとCrとの単独または複合:0.06-0.18%, Mn:0.32% 以下、Cu:0.6% 以下、残部 Fe およびその他不可避な不純物から組成の鋼スラブを
5 1250-1320℃の温度区間において再加熱して熱間圧延した後、以後熱延板焼鈍しを行わず中間の脱炭焼鈍しを含む2回の冷間圧延により最終の厚さに調整した後、中間回復焼鈍しおよびMgOを主成分とする焼鈍し分離剤を塗布した後、1150-1200℃において、最終仕上げを行い、最終仕上げ焼鈍しの際400-700℃における昇温速度を25
10 °C/hr 以上に保ち高磁束密度級方向性電磁鋼板を製造する方法に関する。

更に、本発明は上記製造方法において、中間回復焼鈍しを省く代わりに上記最終仕上げ高温焼鈍し400-700℃における昇温速度を50°C/hr 以下に保って方向性電磁鋼板を製造する方法に関する。

15 更に、本発明は低温スラブ加熱方式により方向性電磁鋼板を製造する方法において、重量％で、C:0.020-0.050%, Si:2.9-3.3%, P:0.016%以下、溶存 Al:0.007-0.012%, N:0.0080-0.012%, S:0.007% 以下、NiとCrとの単独または複合:0.06-0.18%, Mn:0.32%以下、Cu:0.6% 以下、残部 Fe およびその他不可避な不純物から組成の鋼スラブを
20 1250-1320℃の温度区間において、再加熱して熱間圧延後、熱延板焼鈍しを行わず中間の脱炭焼鈍しを含む2回の冷間圧延により最終の厚みに調整後、中間回復焼鈍しおよびMgOを主成分とする焼鈍し分離剤を塗布し、100%水素雰囲気または10%以下の窒素含有水素雰囲気において1150-1200℃の温度区間まで昇温させ10時間以上保ち
25 最終仕上げ高温焼鈍し処理することによって安定化した磁気的特性を有する方向性電磁鋼板を製造する方法に関する。

更に、本発明は上記製造方法において、中間回復焼鈍しを省く代わりに上記最終仕上げ高温焼鈍しの際、400-700℃における昇温速度を50°C/hr 以下に保って方向性電磁鋼板を製造する方法に関する。
30

図面の簡単な説明

- 第1図は溶存 Al 量の変化に伴う磁束密度 B_{10} および 2 次再結晶粒中微細粒発生率との関係を現すグラフ
- 5 第2図は S 量変化に伴う磁束密度 B_{10} および 2 次再結晶粒中微細粒発生率との関係を現すグラフ
- 第3図は Mn/S 比変化に伴う磁束密度 B_{10} および製品の密着性との関係を現すグラフ
- 第4図は Cu/Mn 比変化時磁束密度 B_{10} と鉄損 $W_{17/50}$ との関係を現すグラフ
- 10 第5図はスラブ再加熱温度変化に伴う磁束密度 B_{10} および素材用容量との関係を現すグラフ

15 発明を実施するための最良の形態

本発明の主要思想は低温スラブ加熱が可能な成分系の設計と適正粒成長抑制剤の管理のための新しい製造工程確保にある。

- 20 本発明の基本粒成長抑制剤は AlN であり一部の Cu_2S および MnS が役割を補助する形態である。通常の高温スラブ加熱に用いる MnS の析出物形成をでき得る限り抑制するのが本発明の特徴であってこれがために S 含量を製造工程において管理可能な最少量である 0.007% 以下に抑制することが本発明の特徴中の一つである。

- 25 本発明者等は析出物の挙動を観察した結果固溶温度は MnS が 1280℃ 程度であり、その次が AlN そして Cu_2S は 1200℃ 程に低く熱間圧延時析出温度も MnS は 1200℃ であるが AlN はそれよりも低く、 Cu_2S の場合は 1100℃ と低いことを確認することができた。

したがって、通常の高温スラブ加熱による熱間圧延時 MnS が高温

において析出し、その次に AlN が析出するから AlN が析出時は既に鋼中に MnS の析出物が存在するから AlN は MnS 周囲に析出する着析出現象が生ずる。したがって、AlN 析出物は MnS 析出物の影響を受けるようになり大きさが大きく不均一に形成され量的には多いけれども実際の役割をする適正な大きさの粒成長抑制剤は足りないようになる。これに本発明者は低温スラブ加熱作業により有利な AlN を粒成長抑制剤にして不可避に存する S は可能な限り Cu_2S 状態に析出させることにより熱間圧延時の冷却途中に形成の AlN が MnS の影響を受けず粒成長抑制に適合有効な大きさの微細で均一な析出物として形成するようになる。

本発明は、溶存 Al 量が 0.023-0.028% であり、85-90% 水準の高圧下率により 1 回強冷間圧延することを特徴とする強力な粒成長抑制力を必須的に要求する既存高磁束密度級方向性電磁鋼板の場合とは異なり、溶存 Al 量を 0.011-0.017% 水準に下げ、2 回圧延法を行うことにより 2 次再結晶をより容易に起こすことにより磁束密度が多少低くとも製品毎の磁性偏差は極めて少ない均一な特性を有する一般在来式方向性電磁鋼板生産を可能にしたものである。

一方、高磁束密度級方向性電磁鋼板を製造するためには、より多い量の析出物（粒成長抑制剤）を微細且つ均一に分布させより強く抑制力を確保することが必須的であり、これがためには製鋼時の溶存 Al の上向化および工程条件の最適制御が必須的なことが確認された。

したがって、本発明により高磁束密度方向性電磁鋼板を製造しようとする場合には溶存 Al の量を 0.018-0.030% に制限しなければならない。

更に、粒成長抑制剤を工程中に微細に析出させ強い抑制力を確保するためには C の適性制御が重要であり、熱延時適性組織を保つためには C の含量を多少高く設定することが要求される。

しかし、中間厚さにおける脱炭性および2次高圧下率に伴う圧延時の加工エネルギー確保の面等を考慮のうえ多少低い範囲までへの拡張も大した問題はない。

- 5 一方、C成分の下限拡張は根本的にC成分が熱間圧延組織を形成し冷間圧延時加工エネルギー投与して粒成長抑制力確保に寄与するため重要な成分や、本発明の低温再加熱工程においては、中間厚さ脱炭に因る脱炭性向上側面における問題のみならず、冶金学的側面からも1次再結晶自体が最終仕上げ焼鈍し中に起きるため冷間圧延
10 時の加工エネルギー小さくとも問題が無いために、下限側への操業管理が作業現場では遥かに有利である。更に溶存Al量が高い場合には多くの析出物を有しているため熱間圧延時の初期温度であるFT₀や最終温度であるFT₂の差により析出物の大きさと分布に影響を及ぼし長さ方向の磁性偏差が誘発される。したがって溶存Al量が少ない場合には析出物管理が容易であり長さ方向の磁性偏差の管理
15 が遥かに有利なることを確認した。

したがって、本発明において安定化した磁気特性を得るためにCおよびAlの含量を夫々0.020-0.050%および0.007-0.012%と制限することが望ましい。

20

- 本発明においてS管理は上限管理を基本とし、甚だ重要な管理成分である。電磁鋼板材は200-250mm厚さの連铸スラブ製造時内部は凝固速度が遅いためにSが中心部に集中的に偏析されるからこの固溶および表面までの均質な拡散のためには理論的温度より充分に
25 高い高温スラブ加熱が要求される。本発明において製鋼時S量を強力に抑制することによりS偏析の悪影響を防ぐと同時に熱間圧延時析出温度が1100℃程度に低いCu₂Sの硫化物に析出させることによりMnSに析出する際に生ずる粗大不均一なAlN分布の弊害を減らすことが本発明において利用する粒成長抑制剤の特徴である。このよ
30 うな高Mn及び低S管理によりAlN中心成分系が低温スラブ加熱に

も固溶析出が可能であり 2 次再結晶形成に必要な際粒成長抑制力を確保することができるようになる。付加えて Cr と Ni との添加は 1 次再結晶粒を均一に微細化させる役割をし、殊に、スラブ加熱時の作業可能な温度範囲を拡張させることにより他鉄鋼製品とのスラブ加熱温度の差から来し得る作業干渉事項を根源的に解決し本発明の目的を可能にする。

最終製品において、磁気的特性は粒成長抑制剤である析出物等が 2 次再結晶生成の際最適状態における役割をある程度まで発揮するや如何により決定されるところ、これがためには本発明成分系に適切な製造工程の確立が必要となる。本発明の成分系は S 量が少ない AlN 中心系であって、熱間圧延時冷却中に AlN は 2 次再結晶に有効な微細なる形態で析出されるから以後熱延板焼鈍しは不必要であり、直ちに冷間圧延を行うようになる。更に、中間厚さにおいて脱炭焼鈍しを行い 2 次圧延は低炭素の下に行うことにより鋼板に蓄積の加工エネルギーを少なくし以後 500-650℃ の比較的低温において中間回復焼鈍しを行うことにより以後最終仕上げ焼鈍時 1 次再結晶粒が微細ながらも均一に形成されるように造るのが重要である。このような方法により最終高温焼鈍しの時形成される 2 次再結晶粒が磁化容易方位である (110) [001] と良く整列された集合組織を有するようになることが本発明の製造工程上の特徴である。

更に、本発明においては、低温再加熱操業技術において、最終厚さへの圧延後に行う中間回復焼鈍し工程自体を省き、この部分の冶金学的役割をその後の工程において補充することも可能であるが、これについて、説明すれば次のようである。通常の 2 回冷間圧延法により製造の在来式の方向性電磁鋼板製造において、2 次圧延後の焼鈍しの工程は圧延時与えられた加工エネルギーによる回復および 1 次再結晶が起こり、この 1 次再結晶形成状態が追後の最終仕上げ高温焼鈍し工程において生ずる 1 次再結晶粒の異常成長現象を利用する 2 次再結晶形成状態を決定することになる。

しかし、生産現場においては2回圧延で行われる2回の焼鈍し工程は設備管理の側面からや生産性および作業性の側面から相当な負荷を有するために、一つの工程短縮は同等な磁気的特性を確保することさえできるならば大した生産利益が可能となる。

5

したがって、本発明者等は2次再結晶形成原理および成長機構を考察しながら2次回復焼鈍し工程自体を省いたまゝ、以後最終仕上げ焼鈍し工程の低温部における昇温速度を時間当たり50℃/hr以下に徐々に昇温させることにより、400-500℃の温度区間においては
10 2次冷間圧延組織が回復され、そして500-650℃温度区間においては微細且つ均一な1次再結晶粒が確保できるということを確認した。

このように確保された微細且つ均一な再結晶粒により以後温度区間である870-970℃において生ずる2次再結晶の駆動力が確保され
15 ることにより結晶粒の方位が(110)[001]方向へ整列された優秀な特性の2次再結晶粒を確保できるようになる。

更に、本発明においてはガラス(Glass)被膜特性を向上させるため中間回復焼鈍しを従来方法に比して、多少高い温度の600-700℃
20 区間において P_{H_2O} / P_{H_2} が0.62-0.88の湿潤雰囲気中で45秒-2分間行うことができるが、これについて説明すれば次の通りである。

本発明は0.06~0.74mmの中間厚さ状態から脱炭焼鈍し処理を行うべき特殊な冶金学的な背景を有するために脱炭性の向上のための最適状態の管理が必須的であり、同時にこのとき形成される素材内。
25 外部酸化物の質および量が最終仕上げ焼鈍し中形成のポステライト(Forsterite)被膜(Mg_2SiO_4)の状態を決定するから製品の最終厚さの0.23~0.35mmで脱炭焼鈍を行う通常法に比して厳しい現場管理を必要とする。このことにより低温再加熱法の大した生産利益を有しながらも量産適用に困難を踏まえなければならない部分となっ
30 ている。

本発明者は作業工程における表面特性に係わる諸因子等を精密追跡してみた結果、中間厚さにおける脱炭焼鈍しの際形成の酸化物層が最終厚さへの冷間圧延時部分的に亀裂が生じることもあり、一部のFeO 中心の外部酸化物層の部分的な剥離部が生じて、この部分の不安定なポステライト被膜の形成により被膜全体の色相が不均一に見受けられ部分的な絶縁性や表面粗さ等から劣等部分が存在していることを発見した。更に亀裂部や剥離部の内部には SiO_2 や Fe_2SiO_4 等を中心とする内部酸化物は、そのまゝ存在するためにポステライト被膜形成において反応触媒の役割をするFeO の保完形成が必要であるという確信をもってFeO 形成に有利な条件を与えながらも冶金学的観点から磁性に有害で無い圧延回復組織をそのまゝ保ち得る操業条件の確保が必要であることを確認した。

最適操業条件を確保するための夫々の要因等を検討した結果焼鈍し温度上向化はFeO 形成に最も有利な条件を与えることができたが温度上向化はこの工程において1次再結晶粒が形成され得る条件が与えられるから以後最終仕上げ焼鈍しの際必ず生じなければならない1, 2次再結晶形成においては磁性確保側面からして致命的な欠陥を惹起し得るために焼鈍し時間を適切に管理してこそなることが必須的に要求される。焼鈍し温度が確定されれば素材表面における酸化反応は雰囲気ガスの $P_{\text{H}_2\text{O}}/P_{\text{H}_2}$ 比により酸化物の種類が決定され、本発明素材はFeO を中心とする酸化物が追加的に要求されるから現場作業条件を考慮して多少高く管理されるべきである。殊に雰囲気ガス $P_{\text{H}_2\text{O}}/P_{\text{H}_2}$ による H_2 ガスの分圧が酸化能において中心となるから安定的管理側面から H_2 分圧を20-25%以下に調整することが管理側面からして良い。 H_2 分圧が確定されると露点 (dew point) で適正 $P_{\text{H}_2\text{O}}/P_{\text{H}_2}$ の管理が必要であり、回復焼鈍し時必要な酸化物は2次圧延時の亀裂部や剥離部にFeO 系統の酸化物形成が必要であるから $P_{\text{H}_2\text{O}}/P_{\text{H}_2}$ は可能な限り高く管理して表面のファイアライト (fayalite) やシリカ (Silica) 化合物形成を防ぐ必要があり、

更に、現場管理側面を考慮して多少高く保たれるべきである。更にこのときの焼鈍し時間は回復焼鈍し以上の意味が無いから温度と同時に考慮して、磁性の安定的確保側面から検討すべきであり、可能な温度は高く、時間は短く管理することが有利である。

5

上記のように中間回復焼鈍しの温度、時間および雰囲気を適切に制御することにより、磁気的特性の安定的な確保が可能なのみならず、需要が加工に適切なガラス被膜の特性まで確保することができる。

10

更に、本発明では高磁束密度級方向性電磁鋼板を製造するため、溶存Al量を0.018-0.030%に制限すると同時に仕上げ焼鈍し工程の加熱形態を制御することができるが、これについて説明すれば次の通りである。

15

本発明の成分系はS量が殆ど無いAlN中心系であるから低温再加熱法においても熱間圧延時2次再結晶形成に有効な微細なる状態の析出が可能なために以後熱延板焼鈍しは不必要であり、直ちに冷間圧延を行うようになる。更に、中間厚さにおいて脱炭焼鈍しを行
20 って炭素量を減らし、表面酸化物層を形成した後、2次冷間圧延は低炭素の下で行うことにより、可能な限り加工エネルギーを少なくし、以後500-650℃の比較的低温において回復焼鈍しをして圧延時の加工組織を回復させるようになる。これに伴い1次再結晶と2次再結晶とが同時に最終仕上げ焼鈍し中に起こるようになる。したが
25 って、工程管理の中心が最終仕上げ焼鈍し工程で、この工程中(110)[001]方位の優先成長のためには1次再結晶粒が小さく均一に保たれるべきなのが最も重要な要因となる。このため1次再結晶形成温度の400-700℃付近の昇温速度を25℃/hrより早めに保って1次再結晶粒の大きさを小さく均一に保たせ強い粒成長抑制力を確保
30 して維持可能なようにすべきである。これに伴い以後、870-950

℃において生ずる2次再結晶の駆動力を確保することにより結晶粒の方位が(110) [001] 方向に良く整列した優秀な特性の2次再結晶粒を確保することができるようになって高磁束密度級方向性電磁鋼板の製造が可能となる。

5

更に、本発明においては、磁気的特性が安定化された方向性電磁鋼板を製造するために溶存Al量を0.007-0.012%に制限すると同時に最終仕上げ高温焼鈍しの昇温中の雰囲気ガスを制御することができるが、これについて説明すれば次の通りである。

10

本発明者等は製鋼工程から最終の製品化までの各工程において、本製造法における粒成長抑制力を保たせる主な析出物のAlN析出物等の挙動を観察した結果、製鋼工程においてはAlN析出物の量的な制御に過ぎず以後中間圧延時多少微細な針状の析出物の質的な調整
15 が行われれば、以後中間脱炭焼鈍し工程に多少微細なれと不均一な板状の析出物が追加に形成される。そして最終の仕上げ焼鈍し工程において、昇温中800℃以上から2次再結晶形成直前の通常の920-980℃以内まで雰囲気ガス中の窒素の素材内部への吸収でこの窒素と未反応のAlが反応してAlNの析出物を形成することによりAlNの析
20 出物の量が多少増加するようになり一部のNは素材中のSi等と結合してSi₃N₄状態の析出物を形成して粒成長抑制力を補助する。この際吸収窒素によるAlN析出物の量および大きさ等を含んだ状態の変化は与えられた操業条件により多少異なることが有り得るが結局雰囲気ガス中の窒素含量により最終決定されるようになるから雰囲気
25 気ガス中のN量の適正確保は重要である。このとき2次再結晶形成に有効な析出物の量と状態は初期製鋼状態における溶存Al量とN量とが重要であり、以後工程操業条件の変化により大きさおよび分布状態の変化があるが最終仕上げ焼鈍中の2次再結晶開始直前における量と大きさ、分布状態により最終的に結晶となる。このときAlN
30 の量が余り多くで粒成長抑制力が強い場合磁性に有利な(110) [00

1] の方位の結晶粒の方位の結晶粒の優先成長でない正常成長だけで2次再結晶が終了され磁性に不利な微細な結晶粒だけが形成され磁性が劣等になる。しかし若しAlN析出物の量が余り少ないから粒成長抑制力が不足な場合(110)[001]の方位よりは分散方位結晶
5 粒の成長により方向性が極めて劣等な2次再結晶粒が存ずるようになり磁性が劣化される。このとき適正粒成長抑制力とは溶存Al量とN量との適正バランスが重要であり、低溶存Alの場合に過剰のN吸収時初期100-1000Å大きさの微細な析出物等は互いに周囲の析出物等と加えられてSi(Mn)NやAl(Mn)N等の粗大析出物を形成して
10 1次再結晶粒の成長を抑制することができないから磁性に不利な方位等が成長して磁気的特性が劣化される。それで、溶存Al量に伴う適正量のN吸収が最適磁気的特性確保に必須的である。

したがって、初期溶存Al量が少ない場合にはこれに伴う適正な窒素量の工程中の制御が必要であり、これは最終仕上げ焼鈍しの昇温
15 工程中に素材内に吸収される窒素量を低く保つために焼鈍し雰囲気中の窒素の含量を適切に低く保たせる必要があるようになる。

このように、本発明において、再終仕上げ焼鈍しの昇温時ガス雰囲気中の窒素量を低く制御することにより低溶存Al範囲においても安定化された磁気的特性の確保が可能となる。

以下、本発明の成分範囲および製造条件等の限定理由について説明する。

25

上記Cは高磁束密度方向性製品の磁性の確保のため適正な熱間圧延組織を形成するようにし、冷間圧延時高い加工エネルギーを付与する成分であって、最小0.035%以上が必要であるが、0.05%以上含有時には脱炭性が不良になり、更に残留炭素量が高ければ需要者が
30 使用時磁性の劣化が甚だしくなるため、上記Cの含量は0.035-0.05

0%に制限することが望ましい。

しかし、高磁束密度級方向性電磁鋼板を製造するために溶存Al量を0.018-0.03%に制限したりまたは安定化した磁気的特性を有する方向性電磁鋼板を製造するため溶存Al量を0.007-0.012%に制限する場合には上記C含量の下限值は0.020%まで拡張することができる。

上記Siは電磁鋼板の基本成分として素材の比抵抗値を増加させ磁気的特性中铁芯損失即ち鉄損を低める役割をする成分であって、その含量が2.9%未満の場合には鉄損特性が悪くなり、3.3%以上の場合には鋼が脆弱になって冷間圧延性が極めて悪くなって2次再結晶形が不安定になり長さ方向の2次再結晶不完全形成部のストリーク (Streak) と称する欠陥発生の要因となるから上記Siの含量は2.9-3.3%に制限するのが望ましい。

15 上記Mnはスラブ加熱時析出物の固溶温度を下げ、熱間圧延時素材の両端部に生成の亀裂を防ぐ成分であるが、その含量が0.32%を超過して添加される場合には脱炭焼鈍し時形成のMn酸化物により高温焼鈍し時形成のポステライト絶縁被膜の密着性が悪化するため上記Mnの含量は0.32%以下に制限するのが望ましい。

20

更に、上記Mnは微量のSと共に析出物を形成するためMn/Sの量的管理が重要であり最少20以上管理してこそ微細粒発生の少ない安定的な2次再結晶粒を得ることができるから、Mn/Sの重量比は20以上に制限することが望ましい。

25

上記SはCuやMnと硫化物形態の析出物を形成し、粒成長抑制剤の役割をするためAINの補助役をするが、通常、0.005%までは製造工程において基本的に含有され可能な限り低い管理が必要である。この際、若し0.007%を超過含有すれば連铸からスラブへ製造後凝固されながらスラブ中心部分にS偏析が著しくなり、熱延において低温

30

スラブ加熱実施で中心偏析部の固溶および拡散が難しくなって最終の製品において、特性の偏差が現れ得るから脱 S 工程等を採用し強力に抑制しその含量を 0.007% 以下に制限するのが望ましい。

- 5 上記 Al 成分は N と共に AlN の析出物を形成して粒成長抑制力を確保する中心元素であり、総量的な Al 管理でない溶存状態の Al 量が重要であるが、その含量が 0.01% 未満の場合には 2 次再結晶に必要な充分なる粒成長抑制力を有しないため、最終製品の結晶粒の大きさが小さく不完全微細粒が生じて望ましくなく、0.017% を超過
- 10 すれば粒成長抑制力が余りにも強くで磁性の優れた (110) [001] 方位の 2 次再結晶の発達さえまでも難しくして磁気的特性が急激に劣化されるから、上記 Al の含量は溶存 Al 量で 0.011-0.017% に制限するのが望ましい。しかし、安定化した磁気的特性を有する方向性電磁鋼板を製造するためには上記溶存 Al 量を 0.007-0.012% に制
- 15 限するのが望ましい。

更に、高磁束密度級方向性電磁鋼板を製造するためには Al 含量を 0.018-0.03% に制限することが望ましいが、その理由はその含量が 0.018% 未満の場合には高配向性の 2 次再結晶に必要な充分なる粒

20 成長抑制力を有しないために結晶粒の大きさが不均一になって磁束密度が低く鉄損が悪くなるため望ましく無く、0.030% を超過すれば粒成長抑制力が余り強くで磁性が優秀な (110) [001] 方位の 2 次再結晶発達さえも難しくして工程管理で AlN 析出物の管理が不十分なる場合磁気的特性が急激に劣化するためである。

25

上記 N は溶存 Al と反応析出物を形成し 1 次再結晶の粒成長抑制剤として作用するため 2 次再結晶形成において必須的な成分であり、その含量が 0.008% 未満の場合には析出物の不足を来し、0.012% を超過して添加時には鋼板表面にブリストア (Blister) という欠陥が生

30 じ、表面特性を劣化させるため上記 N の含量は 0.008-0.012% に制限

するのが望ましい。

- 上記 P は鋼を脆弱に造る性質を持っているから混入量が少ないほど有利なるが工場における下限管理範囲が 0.013% までに、それ以上
- 5 混入時冷間圧延性が難しくなるため可能な限り混入量を抑制しなければならず、上記 P の含量は 0.015% 以下に制限するのが望ましい。

- 上記 Cu は S と結合して Cu_2S の析出物を形成し、析出物中最も低温において固溶し、更に、熱間圧延時低温から析出し AlN の粒成長
- 10 抑制力を補充することによって 2 次再結晶を容易に起きるようにする成分であって、その添加量が 0.6% を超過すれば脱炭焼鈍し時形成の酸化物が絶縁被膜形成に悪影響を与える状態になるのみならず 2 次再結晶粒の大きさが余り大きくなって磁束密度は良いが鉄損が劣化され得るから総 Cu 量は 0.6% 以下に制限するのが望ましい。

- 15 本発明では S 成分が MnS に合成されることを可能な限り抑制し Cu_2S に形成するように成すことが重要であるため Cu/Mn の量的管理が重要である。したがって、Cu/Mn 比を 1.5 以上に制限するのが望ましい。

- 上記 Ni と Cr は 1 次再結晶粒を微細化させるのみならず析出物分
- 20 散効果が多いために適正スラブ加熱温度範囲をより広めることができるためスラブ加熱を 1250-1320 °C において作業するためには単独または 2 種複合に最少 0.06% 以上の添加が必要であり、0.18% 以上添加時素材中の C 成分と結合することにより以後脱炭性を悪くするため、上記 Ni と Cr は単独または複合に 0.06-0.18% に制限するのが
- 25 望ましい。

以上の成分系は方向性電磁鋼板製造時最も大きな難問題のスラブ加熱温度を下向化させる必須条件としてこの成分系を使用すればスラブ加熱温度を通常一般鋼のスラブ加熱温度の 1250-1270°C におい

て作業を行っても優秀な磁気的特性の確保が可能であり経済的な効果は大きい。

本発明において、スラブ再加熱温度が1250℃未満の場合には AlN 等の析出物が粒成長抑制力が少ない形態の粗大、不均一分布をするようになつて2次再結晶が不安定になるから良くなく、1320℃を越えれば電磁鋼板スラブが溶融しはじめ実収率が低くなり表面品質が低下するため本発明におけるスラブ加熱温度は1250-1320℃に制限するのが望ましい。

10

実収率側面を考慮すれば、上記スラブ加熱温度は1300℃以下に制限するのが望ましい。

本発明においては、上記のように組成の鋼スラブを上記の加熱温度で加熱した後、通常の方法で熱間圧延、脱炭焼鈍しを含む2回の
15 冷間圧延、中間回復焼鈍しおよび最終仕上げ高温焼鈍し処理を行うことにより、優秀な磁気特性を有する方向性電磁鋼板が製造される。

より望ましくは、上記のように組成の鋼スラブを上記の加熱温度で加熱した後、熱間圧延した後、熱延板焼鈍しを行わず、1次冷間
20 圧延により 0.60-0.75mm厚さに作った後、820-870℃の湿潤水素雰囲気中で脱炭焼鈍し、次いで最終厚さに2次冷間圧延を行った後、500-650℃で中間焼鈍し、次いで、最終厚さに2次冷間圧延を行った後、500-650℃で中間焼鈍した後、MgOを主成分とする焼鈍し分離剤を塗布し、1150-1200℃で10時間以上の最終仕上げ高温焼鈍し
25 を行うことにより、優秀な磁気特性を有する方向性電磁鋼板が製造される。

こゝにおいて、熱間圧延後熱延板焼鈍しを省いて直ちに酸洗を経て表面スケール(scale)を除いた後冷間圧延を行うことがこの成分
30 系の製造工程中の特徴の一つである。1次冷間圧延により 0.60-0.

75mm厚さに調整することは最終製品の適正圧下率を合わせるための適正方案である。次いで、中間厚さにおいて脱炭焼鈍しを行うことが更に本成分系の製造工程上の特徴として、820-870℃の温度および湿潤雰囲気焼鈍しは比較的厚い厚さで脱炭を行うための基本条件である。次いで、最終製品の厚さに冷間圧延を行う。次いで、再結晶とならない温度の500-600℃で回復焼鈍しを行った後、MgOを主成分とする融着防止剤を塗布し巻き取るようになる。次いで、最終仕上げ高温焼鈍しは1150-1200℃で10時間以上を行い1回の再結晶、ガラス被膜の形成および素材不純物純化処理等が行われ最終製品となる。

更に、本発明については上記加熱温度で加熱後、熱間圧延した後、熱延板焼鈍しをせず、1次冷間圧延により望ましくは0.55-0.75mmの厚さに作った後、望ましくは820-870℃の湿潤水素雰囲気において脱炭焼き鈍し、次いで、最終厚さに2次冷間圧延を行った後、低温で行う中間回復焼鈍し自体を省き直ちにMgOを主成分とする焼鈍し分離剤（溶着防止剤）塗布した後、1150-1200℃において、最終仕上げ高温焼鈍しを行うこともできる。この場合には最終仕上げ高温焼鈍し処理時、本発明成分系において1次再結晶が生ずる温度区間の400-700℃における昇温速度を50℃/hr以下に制限すべきであるが、その理由は昇温速度が50℃/h以上の場合には2次再結晶の駆動力となる微細で均一な1次再結晶粒の確保が難しいため、2次再結晶が容易に起こらないため部分的な微細結晶粒が生じたり殆ど全面の微細粒形成により磁気的特性が極度に劣化されるからである。

更に、本発明においては上記加熱温度でスラブを加熱した後、熱間圧延した後熱延板焼鈍しをせず、1次冷間圧延により望ましくは、0.60-0.75mmの厚さに作った後、望ましくは820-870℃の湿潤水素雰囲気において、脱炭焼鈍しし、次いで、最終の厚さで2次冷間圧延を行った後600-750℃の温度区間および P_{H_2O}/P_{H_2} が0.62-0.88の湿潤雰囲気の下に45秒-2分間中間回復焼鈍しを行った後、MgO

を主成分とする焼鈍し分離剤を塗布し、1150-1200℃で10時間以上の最終仕上げ高温焼鈍しを行うことにより、ガラス被膜特性が優秀な方向性電磁鋼板を製造することができる、

- 5 上記中間回復焼鈍し工程において、焼鈍し温度が 600℃以下の場合には形成速度が余り遅いから非経済的であり、750℃以上の場合にはこの焼鈍し工程で1次再結晶が形成され磁気的特性に致命的な欠陥となる可能性があるために、本発明においては中間回復焼鈍し温度を 600-750℃に制限した。

10

一方、中間回復焼鈍し時の雰囲気ガスとしては N_2 および H_2 の複合ガスが用いられるが、これらガスの量は特別に制限されず P_{H_2O}/P_{H_2} 比は0.62-0.88に制限されるべきである。即ち、雰囲気ガス中の P_{H_2O}/P_{H_2} 比を0.62-0.88に制限した理由はその比が0.62以下

- 15 の場合には、酸化物形成速度が余り遅く、0.88以上の場合には形成されたガラスの被膜が黒く不均一で粗くで最終製品の点滴率が低下され得るからである。

更に、中間回復焼鈍し時焼鈍し時間が45秒以下の場合には酸化物形成が不均一であり2.0分以上の場合にはこの工程において1次
20 再結晶が起き得るから、中間回復焼鈍し45秒-2.0分に制限するのが望ましい。

上記中間回復焼鈍し条件で処理する場合従来材に比して均質のガラス被膜の形成が可能で優秀な表面品質特性を確保することができ
25 る。

更に、本発明においては溶存Alを0.018-0.030%含有する鋼スラブを上記加熱温度で加熱後、熱間圧延後熱延板焼鈍しを行わず、1次冷間圧延により望ましくは0.60-0.75mmの厚さに作った後、望まし
30 くは820-870℃湿潤温度区間において脱炭焼鈍しし、次いで最終厚

さに2次冷間圧延を行った後、望ましきは500-600℃において中間回復焼鈍しを行った後MgOを主成分とする焼鈍し分離剤を塗布した後、巻取り、望ましきは1150-1200℃において10時間以上100%水素雰囲気において最終仕上げ焼鈍しを行う最終仕上げ焼鈍し時400-700℃が温度区間における昇温速度を25℃/hr以上に保つことによって、高磁束密度を有する方向性電磁鋼板を製造することができる。本発明の特徴中の一つである最終仕上げ焼鈍し条件の制御は本発明の高磁束粒度級を確保するのに必須的要件であり、この際1次再結晶が完成する温度区間の初期400-700℃における昇温速度を25℃/hr以上の昇温速度に保たなければならないが、その理由はそれ以下の速度で加熱時最終磁性に有利なゴス(Goss)方位外の不利な集合組織が形成されるからである。

更に、本発明においては溶存Alを0.007-0.012%含有の鋼スラブを上記加熱温度で加熱後熱間圧延後熱延板焼鈍しを行わず、1次熱間圧延により望ましくは0.60-0.75mmの厚さに作った後望ましくは820-870℃の湿潤水素雰囲気において脱炭焼鈍しし、次いで、最終厚

さで2次冷間圧延を行った後、望ましくは500-600℃において中間回復焼鈍しをした後、MgOを主成分とする焼鈍し分離剤を塗布し、望ましくは100%水素雰囲気または10%以下の窒素含有水素雰囲気の下において1150-1200℃まで昇温させ10時間以上保ち、最終仕上げ焼鈍しを行うことによって、安定化の磁気特性を有する方向性電磁鋼板を製造することができる。

本発明における、最終仕上げ焼鈍しは本成分系が低溶存Al成分系の下での操業であるから、溶存Al量とN量の最適比率維持のため仕上げ焼鈍し時昇温中の雰囲気ガスを100%水素雰囲気または窒素含有を10%以下に保つことにより溶存AlとN量との均衡を保つことができ、最適抑制力を確保することができ、窒素含量が10%を越せば析出物の量が増加しながら相互結合してAlN析出物の大きさが大きくなって2次再結晶は容易に発生しながらも方向性が極めて劣等な

2 次再結晶が形成されるから、安定化の磁気特性を得るためには最終仕上げ焼鈍し時昇温中の雰囲気ガスは 100% 水素雰囲気または窒素含有比を 10% 以下に含有する水素雰囲気なるべきである。

以下実施例を通じて本発明のより具体的に説明する。

5

実施例 1

重量% で、C:0.042%, Si:3.11%, Mn:0.205%, s:0.006%, N:0.0098%, P:0.014%, Cu:0.496%, Cr:0.04%, Ni:0.06% を基本成分系とし溶存 Al 量を 0.007, 0.011, 0.014, 0.017, 0.020% に変化させ 200 mm 厚さのスラブを製造した。これを 1275°C で 3 時間スラブ加熱後熱間圧延をして 2.3 mm の厚さの熱延板を造った。次に、熱延板焼鈍しを行わず 1 次冷間圧延して 0.70 mm の厚さに調整後、830°C の湿潤雰囲気において脱炭焼鈍しを経て 0.30 mm の厚さに最終冷間圧延を行った。次いで、550 °C において、中間回復焼鈍し、MgO 塗布および 1200°C において 20 時間最終仕上げ焼鈍し等の工程を経て在来式方向性電磁鋼板を製造後、これらの磁気的特性中磁束密度、 B_{10} 値と 2 次再結晶粒中微細粒生成率を調べ、その結果を第 1 図に現した。

第 1 図において、磁束密度 B_{10} 値は 1000 Amp/m に磁化した時誘導される磁束密度値にその単位はテスラ (Tesla) である。

第 1 図に現したように、本発明の条件である溶存 Al 量 0.011-0.017% までは磁束密度が 1.82 テスラ以上を現し、更に微細粒が全く無い優秀な磁気的特性を現しているが、本発明の範囲を外れた 0.007% 材の場合微細粒は無いが全体的な結晶粒が少なく不均一で磁束密度が低く、0.020% 材の場合は 2 次再結晶生成が不均一で微細粒生成量が多くて磁束密度が低いため製品としての使用が不可能なることをわかることができる。

30 実施例 2

重量% で、C:0.043%, Si:3.15%, Mn:0.225%, 溶存 Al:0.014%, N:0.0104%, P:0.015%, Cu:0.521%, Cr:0.05%, Ni:0.05% を基本成分系とし S量を0.003, 0.005, 0.007, 0.010, 0.014%に変化させ 200mm厚さのスラブを製造した。これを以後実施例 1 と同一な条件で熱延スラブ加熱工程から最終仕上げ焼鈍し工程まで経た後これらの磁気的特性中磁束密度、 B_{10} 値と 2 次再結晶粒中微細粒生成率をしらべ、その結果を第 2 図に現した。

第 2 図に現したように、S量が本発明の範囲の0.007%までは微細粒が全く無く磁束密度が1.83テラス以上を現しているが、それ以上添加時微細粒生成が急激に増加して磁束密度が急激に低下することを分けることができる。

実施例 3

15

重量% で、C:0.039%, Si:3.05%, Mn:0.005%, 溶存 Al:0.012%, N:0.0110%, P:0.015%, Cu:0.505%, Cr:0.05%, Ni:0.05% を基本成分系にし、Mn量を変化させ Mn/S比が10, 20, 35, 50, 65とな

るようにMn添加量を変化させ 200mm厚さのスラブを製造した。これを以後実施例 1 と同一な条件で熱延スラブ加熱工程から最終仕上げ焼鈍し工程まで経た後これらの磁気的特性中磁束密度 B_{10} 値と密着性を現す 180度屈曲時被膜剥離のない最少直径値mmを測定してその結果を第 3 図に現した。第 3 図に現したように、Mn/Sが10であるときは製品の密着性は25mmφを現し優秀であるが磁束密度が低く、Mn添加量が0.32% を超過したMn/S比65の場合は磁束密度は優秀であるが製品の密着性は 70 mmφを現してベースコーティング (base coating)被膜特性が至って不良なるため商品の価値が無いから本発明の範囲から取り除いた。しかし、本発明の範囲の20以上では磁束密度が1.82テラス以上に高く且つ密着性も25- 30mmφで製造工程に

おける管理基準の30mmφで容易に満足することを分ることができる

実施例 4

- 5 重量% で、C:0.044%, Si:3.01%, Mn:0.195%, 溶存Al:0.013%, N:0.0105%, P:0.014%, Cr:0.05%, Ni:0.05%を基本成分系としてCu量を変化させCu/Mn 比が0.5, 1.0, 1.5, 2.8, 3.5 となるようにCu添加量を変化させ 200mm厚さのスラブを製造した。これを以後実施例1と同一な条件で熱延スラブ加熱工程から最終仕上げ焼鈍し工程まで経た。
- 10 これらの磁気的特性中磁束密度, B_{10} 値および50Hzから1.7Teslaに磁化させたときの鉄芯損失(鉄損), $W_{17/50}$ 値を測定し, その結果をCu/Mn 比による磁束密度と損の相互関係として第4図に現した。第4図に現したように, Cu/Mn 比が0.5 と低い場合は磁束密度が1.80テスラ以下に低く鉄損が至って高く, Cu/Mn が1.0 の場合に
- 15 も磁束密度1.78-1.84 テスラの広い範囲を現すが特性の偏差が大きく鉄損または高い値を現して安定的な磁気特性を確保することが難しい。更に, Cu/Mn が3.5 に高くCu添加量が0.6%を越えた場合には鉄損は全般的に低い磁束密度が1.78テスラ水準の劣等な特性の製品が混在するため本発明の範囲において取り除いた。しかしcu/Mn
- 20 比が1.5-2.8 の本発明材の場合磁束密度が最下1.80テスラ以上を現す鉄損が最高 $1.24 \frac{W}{kg}$ 以下を現して磁性が優秀ながらも安定的な特性の製品を得ることができることを分ることができた。

実施例 5

- 25 重量% で、C:0.044%, Si:3.01%, Mn:0.195%, S:0.005%, 溶存Al:0.013%, N:0.0105%, Cu:0.515%, P:0.014%を基本成分系としてこゝにCrとNiとの添加量を変化させた後 200mm厚さのスラブを製造した。これを以後実施例1と同一な条件で熱延スラブ加熱工程から最終仕上げ焼鈍し工程まで経た後これらの磁気的特性中磁束密度, B_{10} 値と
- 30 鉄損, $W_{17/50}$ 値を測定し, その結果を下記表1に現した。

表 1

試片 No.	添加量 (%)		磁 気 的 特 性 *	
	Cr	Ni	磁束密度, B_{10} (Tesla)	鉄損, $W_{17/50}$ (W/kg)
5				
10				
15				
20				

* 磁束密度, B_{10} (Tesla): 1000Amp./mに磁化したときの誘導される磁束密度

25 * 鉄損, $W_{17/50}$ (W/kg): 50Hzにおいて1.7Teslaが得られるように磁化したときの鉄芯損失

上記表 1 に現れた通り、Cr および Ni 添加量が無かったり少ない比較材-1, 2 の場合 2 次再結晶形成が不安定して微細粒生成が多くで、磁束密度が低く鉄損が高い劣等な磁気特性を現すが発明材 (1-4) の場合磁束密度が高く鉄損が低い優秀な磁気的特性を見せていることを分ることができる。半面に添加量が 0.2% を越す比較材-3, 4 の場合は 2 次再結晶粒が少なく不均一で磁気的特性が反って劣化することを分ることができる。

実施例 6

10

重量% で、C:0.039%, Si:3.12%, Mn:0.225%, S:0.005%, 溶存 Al:0.014%, N:0.0095%, Cu:0.510%, P:0.015%, Cr:0.05%, Ni:0.05% および残部 Fe から組成の 200mm 厚さのスラブを製造した。上記スラブを均熱温度を 1200, 1225, 1250, 1275, 1300, 1325 °C に変化させ夫々 3 時間宛加
15 熱した後熱間圧延を行い、以後実施例 1 と同一条件で冷間圧延から最終仕上げ焼鈍しまで行った後製品の磁気的特性の磁束密度、 B_{10} 値および素材の溶融による損失値 (%) を測定しその結果を第 5 図に現した。

20 第 5 図に現したように、磁束密度はスラブ加熱温度が高くなるにつれて向上して 1250°C においては 1.83 テスラを現し、1300°C においては最も優秀なることを分ることができる。しかし、1325°C においては比較的良好な磁束密度を現したが高温による素材の溶融量が増加して実収率低下を誘発するようになるのみならず、高温作業の結果
25 作業性と経済性が悪化するため、本発明においては取り除いた。殊に、本発明の 1250-1275°C 区間においては素材の溶融が全く無く、1300°C においてはスケール生成量が増加するが実収率や作業性に問題が無いことを分った。

実施例 7

- 重量%で、C:0.039%, Si:3.12%, Mn:0.225%, S:0.005%, 溶存 Al:0.014%, N:0.0095%, Cu:0.510%, P:0.015%, Cr:0.05%, Ni:0.05% および残部Feから組成の 200mm厚さのスラブを製造した。これを、以後実
- 5 施例 1 と同一の条件で熱延スラブ加熱工程から最終仕上げ焼鈍し等の工程を行う本発明の製造工程を経た製品を生産した。この工程との比較で 1 回圧延法および通常の 2 回の圧延法により処理した。1 回の圧延1120℃における熱延板焼鈍しを経て 1 回の圧延で最終0.30 mmの厚さまで圧延し、次いで、830℃の湿潤雰囲気において脱炭焼
- 10 鈍し、MgO 塗布および1200℃において20時間最終仕上げ焼鈍しを行うことであり、更に、通常の 2 回圧延法は1120℃において熱延板焼鈍しを行い 1 次冷間圧延で0.75mmの厚さに圧延後 920℃において中間焼鈍し、2 次冷間圧延で0.30mmの厚さで圧延後 830℃湿潤雰囲気において、脱炭焼鈍し、MgO 塗布および1200℃において、20時間最
- 15 終仕上げ焼鈍し工程を経て電磁鋼板製品を生産する工程を意味する。これら三種の工程材の磁気的特性の磁束密度 B_{10} 値と、鉄損, $W_{17/50}$ 値および 2 次再結晶粒中微細粒生成率を調べ、その結果を下記表 2 に現した。

20 表 2

区 分	工 程	磁束密度, B_{10} (Tesla)	鉄損, $W_{17/50}$ (W/Kg)	微細粒発生率(%)
25 発明材-5	—	1.84	1.18	0
比較材-5	1 回圧延法	1.63	1.78	53
比較材-6	2 回圧延法	1.75	1.48	14

上記表 2 に現したように、本発明の製造工程を経た場合（発明材-5）磁束密度が高く鉄損は低い優秀な磁気的特性を確保しているが、通常の 1 回圧延法を経た比較材-5 の場合は 2 次再結晶生成が不良であり、微細粒生成率が高くで磁束密度は至って低く鉄損は高くで製品として使用が不可能であり、更に、通常の 2 回圧延法で工程を経た比較材-6 の場合は 1 回圧延法の場合に比しては磁性が少し向上したが、製品としての使用は困難なことを分ることができる。

実施例 8

10

重量％で、C:0.035%, Si:3.14%, Mn:0.215%, S:0.004%, 溶存Al:0.016%, N:0.0093%, Cu:0.515%, P:0.013%, Cr:0.04%, Ni:0.05%および残部Feから組成の 200mm厚さのスラブを製造した。これを1300℃にて3時再加熱後熱間圧延をして 2.3mm厚さの熱延板を造った。その次
15 熱延板焼鈍しを行わず 1 次冷間圧延して0.65mmの厚さに調整後、850℃の湿潤雰囲気にて脱炭焼鈍しを経て0.30mm厚さで最終冷間圧延を行った。次いで、550℃の乾燥雰囲気から2分間回復焼鈍しを行った後Mgを主成分とする焼鈍し分離材を塗布した後巻取りコイル塊に造った後 400℃まで急速加熱後、700℃までの昇温速度を
20 10-100℃/hr に変化させ以後20℃/hr の昇温速度で1200℃まで加熱し20時間均熱後冷却する最終仕上げ焼鈍しの工程を経た。このとき雰囲気ガスは昇温中には 25%の窒素+75% の水素であり、その他は100%水素雰囲気において行い、在来式方向性電磁鋼板を製造した。これらの磁気的特性中磁束密度値と鉄損値を測定し下記表 3 に現した。
25

表 3

5	区分	昇温速度 (°C/hr)		磁 気 的 特 性 (*)	
		400-700 °C	700-1200°C	磁束密度, B_{10} (Tesla) ¹⁰	鉄 損, $W_{17/50}$ (W/Kg)
10	比較材-7	7	20	1.66	1.84
	比較材-8	15	20	1.78	1.52
	発明材-6	20	20	1.84	1.23
15	発明材-7	30	20	1.86	1.19
	発明材-8	50	20	1.87	1.16
	発明材-9	100	20	1.86	1.17

20 * 磁束密度, B_{10} (Tesla): 1000Amp./m に磁化したときの誘導される磁束密度

* 鉄損, $W_{17/50}$ (W/kg): 50Hz において 1.7Tesla が得られるように磁化したときの鉄芯損失

25

上記表 3 に現したように, 1 次昇温速度が早いほど磁気的特性が優秀な事を分ることができるし, 殊に本発明の条件の 20°C/hr 以上では磁束密度 1.84Tesla 以上に高く更に, このときの鉄損は 1.23W/

kg以下の低い値を現して優秀な磁気的特性を現すことを分ることができる。しかし、1次昇温速度が遅い比較材(7,8)においては2次再結晶形成が不安定になり微細結晶粒が生成され磁気的特性が急激に劣化されることを分ることができる。

5

実施例 9

下記の表4の成分組成を有する200mm厚さのスラブを製造して1275℃にて3時間再加熱後熱間圧延をして2.3mm厚さの熱延板を造つた。その次熱延板焼鈍しを行わず酸洗後熱間圧延して0.60mmの厚さに調整した。860℃の湿潤雰囲気において脱炭焼鈍しを経て0.30mmの厚さに最終冷間圧延を行った。

次に、上記のように冷間圧延の冷延板を、通常の方法におけるように、550℃にて2分間中間焼鈍したもの(従来材)と本発明におけるように、中間焼鈍しを全く行わない冷延板(発明材)についてMgOを主成分とする焼鈍し分離剤を塗布した後巻き取ってコイル塊に造った後、従来材の場合には80℃/hrに、そして発明材の場合には25℃/hrの昇温速度で700℃まで昇温した後20℃/hrの昇温速度で1200℃まで昇温させ、この温度にて20時間保つ最終仕上げ焼鈍し工程を行い在来式方向性電磁鋼板を製造した。

上記のように製造した方向性電磁鋼板について磁束密度(B_{10} 値)と鉄損($W_{17/50}$ 値)を測定し、その結果を下記の表5に現した。

表 4

5	成分 溶解剂 No.	C	Si	P	N	S	Ni+Cr	Mn	Cu	sol. Al
	C-1	0.038	3.02	0.014	0.009	0.005	0.092	0.212	0.501	0.016
	C-2	0.044	3.21	0.013	0.011	0.003	0.114	0.208	0.508	0.012
	C-3	0.040	3.21	0.014	0.009	0.006	0.104	0.212	0.501	0.019

表 5

15

20	区分	C - 1		C - 2		C - 3	
		磁束密度 B_{10} (Tesla)	鉄損 $W_{17/50}$ (W/Kg)	磁束密度 B_{10} (Tesla)	鉄損 $W_{17/5}$ (W/kg)	磁束密度 B_{10} (Tesla)	鉄損 $W_{17/50}$ (W/Kg)
	従来 材	1.86	1.20	1.84	1.27	1.85	1.22
25	発明 材	1.86	1.19	1.85	1.25	1.85	1.21

上記表 5 に現したように、C-1, C-2 および C-3 組成において 550℃の温度にて 2 次中間回復焼鈍しを行う従来材に比して本発明におけるように焼鈍し処理しない発明材の場合が磁束密度および鉄損特性において、類似したり多少優秀な特性を現していること
5 を知ることができる。

したがって、本発明は製造工程の短縮を来すことができるから、より経済的な生産方法である。

10 実施例 10

上記実施例 9 の表 4 の C-2 溶解剤を利用して 200mm の厚さのスラブを製造し 1275℃に
て 3 時間再加熱後熱間圧延をし 2.3 mm の厚さの熱延板を造った。その次熱延板焼鈍しを行わず 1 次冷間圧延し 0.65mm の厚さに調整後、
15 850℃の湿潤雰囲気において脱炭焼鈍しを経て 0.30mm の厚さに最終冷間圧延を行った。次いで、2 次回復焼鈍しを省いて直ちに MgO を主成分とする焼鈍し分離材を塗布後巻き取りコイルの塊に造った後
400℃まで急速加熱後以後 700℃までの昇温速度を 10-100℃/hr に
20 変化させ以後 20℃/hr の昇温速度で 1200℃まで加熱して 20 時間均熱後冷却する最終仕上げ焼鈍しの工程を経た。このとき雰囲気ガスは昇温中には 25% の窒素 + 75% の水素でありその他は 100% 水素雰囲気において行い在来式方向性電磁鋼板を製造した。これらの磁気的特性中磁束密度 B_{10} 値と鉄損値 $W_{17/50}$ 値を測定し、その結果を下記
25 表 6 に現している。

表 6

5	試 片 No.	昇温速度 (°C/hr)		磁 気 的 特 性	
		400-700 °C	700-1200 °C	磁束密度 B_{10} (Tesla)	鉄 損 $W_{17/50}$ (W/kg)
10	発明材 10	10	20	1.86	1.17
	発明材 11	25	20	1.86	1.19
	発明材 12	50	20	1.84	1.26
15	比較材 9	100	20	1.80	1.47

上記表 6 に示したように、初期昇温速度が遅れるほど磁気的特性が優秀であるけれども本発明の条件の 50°C/hr 間では良好な磁気的
 20 特性を示し、それ以上の昇温速度の 100 °C/hr では 2 次再結晶が不安定になり微細結晶粒が表れるため磁性が急激に劣化することを分かるようになるが、この場合には製品化が難しくなる。

実施例 11

25

重量%で、C:0.042%, Si:3.117%, Mn:0.205%, S:0.006%, N:0.00983%, P:0.014%, Cu:0.496%, Cr:0.04%, N:0.06%, 溶存 Al:0.014%の製鋼組成を有する 200 mm 厚さのスラブを製造した。これを 1300°C にて 3 時

間再加熱後熱間圧延をして2.3 mmの厚さの熱延板を造った。その後熱延板焼鈍しを行わず1次冷間圧延し0.65mmの厚さに調整後、860℃の湿潤雰囲気において脱炭焼鈍しを経て素材の残留炭素量を減少させた後、0.30mmの厚さに冷間圧延を行った。次いで、2次回復焼鈍し時10%の水素含有窒素雰囲気において、焼鈍し温度550-800℃にて炉内雰囲気 (P_{H_2O}/P_{H_2}) を乾燥 (dry) 雰囲気で0.96まで在炉時間を0.5-2.5分まで変化させた。以後MgO塗布および1200℃で20時間最終仕上げ焼鈍しの工程を経て在来式方向性電磁鋼板を製造した。

10

上記のように製造の鋼板について、回復焼鈍し条件変化に伴うガラス被膜特性（外観形状および絶縁性）および磁気的特性（磁束密度および鉄損）を測定し、その結果を下記表7に現した。

- 15 下記表7におけるガラス被膜の外観形状はポステライト被膜 (Forsterite) の形成状態を肉眼で観察したものであり、絶縁性はASTM A717-15によるフレンクリン絶縁測定器 (Franklin Insulation Tester) で0.5Volt, 1.0Ampの通電時被膜を通じた収納電流を測定してAmp値で現したものであり、絶縁性が良好な状態は収納電流値が
- 20 少ないほど優秀な製品である。

表 7

5	区 分	回復焼鈍し条件			ガラス被膜特性		磁気的特性 (*)	
		温 度 (°C)	P_{H_2O}/P_{H_2}	時間 (分)	絶縁値 (Amp)	外観形状	磁束密度, B_{10} (Tesla)	鉄 損, $W_{17/50}$ (W/Kg)
10	比較材 -10	550	0.80	1.2	0.645	薄く粗い	1.85	1.24
	発明材 -13	650	0.80	1.2	0.556	多少薄い	1.86	1.24
	発明材 -14	700	0.80	1.2	0.486	良好	1.84	1.23
	発明材 -15	750	0.80	1.2	0.459	良好	1.85	1.25
15	比較材 -11	800	0.80	1.2	0.433	良好	1.80	1.30
	比較材 -12	700	dry	1.2	0.725	薄く粗い	1.84	1.24
	比較材 -13	700	0.45	1.2	0.687	薄く粗い	1.85	1.23
20	発明材 -16	700	0.63	1.2	0.535	多少薄い	1.86	1.24
	発明材 -17	700	0.75	1.2	0.448	良好	1.84	1.25
	発明材 -18	700	0.86	1.2	0.452	良好	1.86	1.24
25	比較材 -14	700	0.96	1.2	0.534	黒く不均一	1.84	1.25
	比較材 -15	700	0.80	0.5	0.618	薄く粗い	1.85	1.24
	発明材 -19	700	0.80	0.8	0.512	良好	1.85	1.25
	発明材 -20	700	0.80	2.0	0.425	良好	1.85	1.24
35	比較材 -16	700	0.80	2.5	0.588	厚く粗い	1.82	1.28

上記表 7 に、現わしたように中間回復焼鈍し温度が 550℃の場合には、磁性は良好であるがガラス被膜が薄く粗くしたがって絶縁性も劣等な状態を現す反面に、本発明範囲の 650℃の場合には、厚さは多少薄い蹴れとも目標とする絶縁値は満足なる状態を現しており、
 5 更に、それ以上の 750℃までの温度では磁性のみならずガラス被膜の特性も優秀なるものと示されることを分かることができる。

しかし、中間回復焼鈍し温度が 800℃の場合には被膜が粗く殊に磁性が急激に劣化される現象が現れる。

10 一方、炉内の水分含量が少ない通常の乾燥雰囲気 (dry) や P_{H_2O}/P_{H_2} の比が 0.45 の炉内雰囲気の下に中間回復焼鈍しの場合には磁性は良好であるが、ガラス被膜が薄く粗く絶縁性が不足な反面に、本発明範囲の 0.62-0.88 範囲で中間回復焼鈍しの場合には被膜が均一であり、色相も優れており絶縁性も良好であるが、それ以上の過剰
 15 水分含有時には反って被膜黒く粗く絶縁性も劣化する。

更に、中間回復焼鈍し時間が 30 秒の場合には余り短いから被膜形成に加勢与えぬ反面に本発明範囲の 0.8-2.0 分間の焼鈍し時には最適な被膜特性を得ることができるが、それ以上の長時間焼鈍す場合
 20 には根本的な要求条件の磁性の劣化が現れる。

実施例 12

重量%で、Si:3.05-3.21%, C:0.29-0.43%, Mn:0.196-0.225%, S:0.0
 25 03-0.006%, N:0.009-0.012%, P:0.013-0.014%, Cu:0.477-0.513%, Cr:0.004% を基準として、こゝに Ni を添加して Ni と Cr との合計が 0.093-0.0117% を基本成分系とし、こゝに溶存 Al 量を変化させ下記表 8 のように 5 種類の成分系に溶解した。

これら組成の 20mm の厚さのスラブを製造し 1275℃で 3 時間再加熱
 30 後熱間圧延をし、2.3 mm の熱延板を作った。その次熱延板焼鈍しを

行わず 1 次冷間圧延し 0.60mm の厚さに調整した後、850 °C の湿潤雰囲気において脱炭焼鈍しを経て 0.30mm の厚さの最終冷間圧延を行った。次いで、550 °C で中間回復焼鈍し、MgO を塗布した後巻取りコイルで作った。以後最終仕上げ焼鈍しは初期急熱で昇温後 400-700 °C までの昇温速度を時間当たり 30°C 速度で昇温させ、その以後には時間当たり 25°C で昇温し、最終 1200°C まで加熱しこの温度で 20 時間高温均熱を経て冷却し高磁束密度級方向性電磁鋼板を製造した。

上記のように製造の方向性電磁鋼板についての磁束密度および鉄損を測定し、その結果を下記表 9 に示した。

表 8

鋼 種	成分	C	Si	P	N	S	Ni+Cr	Mn	Cu	sol. Al
比較鋼	a	0.043	3.21	0.014	0.011	0.005	0.104	0.214	0.498	0.014
発明鋼	1	0.029	3.09	0.014	0.010	0.005	0.093	0.223	0.501	0.018
	2	0.035	3.16	0.013	0.012	0.004	0.117	0.219	0.510	0.022
	3	0.041	3.19	0.013	0.011	0.005	0.106	0.198	0.513	0.028
比較鋼	b	0.034	3.06	0.013	0.011	0.003	0.105	0.196	0.489	0.034

表 9

5	試 片 No		鋼 種	磁束密度 B_{10} (Tesla)	鉄 損 $W_{17/50}$ (W/kg)
	比較材	17	比較鋼 a	1.87	1.14
10	発明材	21	発明鋼 1	1.91	1.09
		22	発明鋼 2	1.93	1.00
		23	発明鋼 3	1.90	1.03
	比較材	18	比較鋼 b	1.84	1.21

15

上記表 9 に示したように、溶存 Al 量が本発明範囲に該当する 0.018-0.030% の発明鋼 (1-3) を出発素材とした発明材 (21-23) の場合には磁束密度値が B_{10} 基準として 1.89 Tesla 以上の値を確保し、更に、鉄損の場合にも $W_{17/50}$ 基準に 1.09 W/kg 以下の低い値を現している。

20

しかし、溶存 Al 量が本発明範囲より少ない比較鋼 (a) を出発素材とした比較材 (17) の場合には 2 次再結晶は生じて、方向性が良くないから磁気的特性が悪く現れ、更に溶存 Al 量が高い比較鋼 (b) を出発素材とした比較材 (18) の場合には部分的に直径が

25

実施例 13

上記実施例 12 の表 8 の発明鋼 (2) のように組成の 200 mm 厚さのスラブを製造して 1275℃ において 3 時間再加熱後熱間圧延をし 2.3 mm の厚さの熱延板を作った。その次熱延板焼鈍しを行わず 1 次冷間圧

30

- 延し0.65mmの厚さで調整後、850℃の湿潤雰囲気において脱炭焼鈍しを経て0.30mmの厚さの最終冷間圧延を行った。次、550℃にて中間焼鈍し、MgO塗布後最終仕上げ焼鈍し処理を行った。仕上げ焼鈍し条件は下記表10のように1次再結晶形成区間の400-700℃区間の
- 5 昇温速度を変化させ700-1200℃昇温速度は25℃/hrに固定し、1200℃において20時間均熱後冷却する熱サイクルを利用した。このときの雰囲気ガスは昇温中20%の窒素+75%の水素でありその他は100%水素雰囲気において行った。

- 10 焼鈍し後400-700℃における昇温速度における磁気的特性を調べ下記表10に示した。

表 10

15

試片 No		昇温速度 (°C/hr)		磁気的特性		
		400-700 °C	700-1200°C	磁束密度 B ₁₀ (Tesla)	鉄損 W _{17/50} (W/kg)	
20	比較材	19	10	25	1.76	1.46
		20	20	25	1.85	1.23
25	発明材	24	25	25	1.90	1.09
		25	50	25	1.93	1.01
		26	80	25	1.94	0.99

30

上記表10に示したように、最終仕上げ焼鈍し400-700 °Cの温度区
間において本発明に符合する昇温速度で昇温させた場合〔発明材
(24-26)〕、磁束密度 B_{10} 基準で1.90tesla 以上の優秀な値を表し、
鉄損値は $W_{17/50}$ 基準で1.09W/kg以下の低い値を表している。

- 5 しかし、昇温速度が遅い比較材 (19, 20)の場合には2次再結晶の
発達が不安定となり微細結晶粒が複数発生する結果に磁気的特性が
劣等に表れた。

実施例 14

10

- 重量%でC:0.029-0.036%, Si:3.01-3.17%, Mn:0.196-0.223%, S:0.0
03-0.005%, N:0.008-0.011%, P:0.013-0.014%, Cu:0.434-0.471%, Cr:0
.04%を基準としてこゝにNiを添加してCrとNiとの合計0.091-0.0117
%を基本成分系としこゝに溶存 Al 量を変化させた表11の6種の成
15 分系に溶解した。

- 下記表11のように組成の 200mmの厚さのスラブを製造し1290°Cに
おいて、3.5 時間再加熱後熱間圧延を行い2.3 mmの厚さの熱延板を
作った。その次、熱延板焼鈍しを行わず、酸洗後1次冷間圧延し0.
20 60mmの厚さに調整後、850 °Cの湿潤雰囲気において脱炭焼鈍しを経
て0.30mmの厚さに最終冷間圧延を行った。次いで、600 °Cにおいて、
中間回復焼鈍しし、MgO 塗布後コイル状態に巻き取った。最終仕上
げの焼鈍しは 5% 窒素含有の水素雰囲気において、1200°Cにて20時
間均熱後冷却する焼鈍しの工程を経て在来式方向性電磁鋼板を製造
25 し、各鋼板について磁気的特性中磁束密度 B_{10} 値と鉄損値 $W_{17/50}$
を測定して下記表12に表した。

表 11

(単位：重量%)

5	成分 鋼種		C	Si	P	N	S	Ni+Cr	Mn	Cu	sol. Al
	比較鋼	c	0.032	3.13	0.013	0.008	0.005	0.091	0.025	0.457	0.003
10		d	0.033	3.01	0.014	0.011	0.004	0.104	0.214	0.468	0.005
	發明鋼	4	0.036	3.09	0.014	0.010	0.005	0.099	0.223	0.471	0.007
15		5	0.031	3.17	0.013	0.009	0.004	0.117	0.219	0.460	0.010
		6	0.029	3.12	0.013	0.011	0.005	0.106	0.198	0.463	0.012
	比較鋼	e	0.032	3.16	0.013	0.010	0.003	0.105	0.196	0.439	0.015

20 表 12

25	試片 No		鋼種	磁束密度, B_{10} (Tesla)	鉄損, $W_{17/50}$ (W/kg)
	比較材	21	比較鋼 C	1.78	1.53
30		22	比較鋼 d	1.80	1.35
	發明材	27	發明鋼 4	1.83	1.25
35		28	發明鋼 5	1.85	1.22
		29	發明鋼 6	1.87	1.19
	比較材	23	比較鋼 e	1.81	1.34

- 上記表12に表したように、溶存 Al 量が本発明範囲に該当する発明鋼 (4-6)を出発素材として製造の発明材 (27-29)の場合磁束密度値が B_{10} 基準として1.83-1.87Teslaの水準に優秀且つ鉄損値も $W_{17/50}$ 基準に1.19-1.25 w/kgの低い値を表している。反面に溶存 Al 量が余り低い場合 [比較材 (21-22)] と余り高い場合 [比較材 (23)] には磁束密度値が低く鉄芯損失が大きくなる。

実施例 15

- 上記実施例14の表11の発明鋼 (5)を利用して200 mmの厚さのスラブを製造した。このスラブの再加熱温度を1225, 1250, 1275, 1300, 1320, 1340 °Cに変化させた後、各温度において3時間宛均熱後熱間圧延を行って2.3 mmの厚さの熱延板を造った。その次熱延板焼鈍しを行わず直ちに1次冷間圧延し0.65mmの厚さに調整後850 °Cの湿潤雰囲気において脱炭焼鈍しを経て0.30mmの厚さに最終冷間圧延を行った。次いで、550 °Cにおいて、中間焼鈍し、MgO 塗布後最終仕上げ焼鈍し処理を行った。この際高温焼鈍し炉の昇温中の雰囲気をも5%窒素含有水素の下で時間当たり30°Cの昇温速度で加熱し、以後1200°Cにおいて20時間100%水素雰囲気において高温均熱後、冷却する焼鈍し処理を経た後最終製品の磁気的特性および初期再加熱時スラブ表面の溶融による損失値の%を調べて下記表13に表した。

表 13

区 分	再加熱温度 (°C)	磁 気 的 特 性		溶融量
		磁束密度, B_{10} (Tesla)	鉄損 $W_{17/50}$ (W/kg) (%)	
比較材-24	1225	1.80	1.35	0
発明材-30	1250	1.85	1.21	0
発明材-31	1275	1.84	1.23	0
発明材-32	1300	1.87	1.19	0
発明材-33	1320	1.85	1.23	0.1
比較材-25	1350	1.86	1.20	1.8

上記表13に表したように、再加熱温度が本発明範囲より低い比較材（24）においては磁束密度が低く鉄損率が高いから劣等な磁気的
 特性を表しているが本発明の範囲の1250℃以上の場合磁束密度が向
 上され1.84Tesla を表して製品として良好な特性であり、1300℃お
 よび1320℃頃合で最も優秀な特性値を表している。しかし、再加熱
 温度が余り高い1350℃〔比較材（25）〕では磁束密度値は優れてい
 るが高い温度によりスラブの表面が半溶融状態にになって溶融量が
 急激に増加し始めた。

殊に、本発明の主な範囲の1250-1300℃区間においては素材の溶
 融が全く無く、1320℃においては、溶融量が一部現れているがその

量は至って少ない量であるから実収率や作業性に問題がないから本発明の範囲に含めた。

実施例 16

5

上記実施例14の表11の発明鋼（4-6）を利用して 200mmの厚さのスラブを製造して1290℃において、3時間再加熱後熱間圧延を2.3 mmの厚さの熱延板を造った。その次、熱延板焼鈍しを行わず1次冷間圧延して0.65mmの厚さに調整後、860℃の湿潤雰囲気において脱炭
10 焼鈍しを経て 0.30 mmの厚さで最終冷間圧延を行った。次いで、600℃において中間回復焼鈍し、MgO塗布後最終仕上げ焼鈍し処理を行った。この際高温焼鈍し炉において1200℃までの昇温中の雰囲気
を100%の水素、5%の窒素含有水素、10%の窒素含有水素雰囲気および通常処理法の25%の窒素含有水素雰囲気において以後1200℃で20
15 時間 100% 水素雰囲気において高温均熱後冷却し焼鈍し処理を経た後、最終製品の磁気的特性を、その結果を下記表14に表した。

表 14

5	試 片 No		昇温中雰囲気ガス含量		磁 気 的 特 性		鋼種
			窒 素 (%)	水 素 (%)	磁束密度 B ₁₀ (Tesla)	鉄 損 W _{17/50} (W/Kg)	
10	発明材	34	0	100	1.87	1.19	発 明 鋼 (4)
		35	5	95	1.85	1.21	
		36	10	90	1.84	1.23	
比較材	26	25	75	1.80	1.35		
15	発明材	37	0	100	1.85	1.23	発 明 鋼 (5)
		38	5	95	1.86	1.20	
		39	10	90	1.84	1.23	
比較材	27	25	75	1.81	1.33		
20	発明材	40	0	100	1.83	1.24	発 明 鋼
		41	5	95	1.84	1.22	
		42	10	90	1.87	1.20	
比較材	28	25	75	1.82	1.29	(6)	

上記14に表したように、発明鋼 (4)を出発素材とする場合には10
 0%水素雰囲気の下に最も優秀な磁気的特性を表しており、10% 窒素
 含有水素雰囲気においても良好な特性を表すが、通常の25% 窒素含
 35 有水素雰囲気において処理する場合微細結晶粒が散在され磁性が急

激に劣化される。

更に、発明鋼 (5)を出発素材とする場合には5%の窒素含有水素雰囲気の下において最も優れた磁気的特性を表しており、本発明範囲
5 の100%水素雰囲気および10% 窒素含有水素雰囲気の下においても良好な特性を表すが、通常の25% 窒素含有水素雰囲気において処理する場合にはやはり磁性が劣化される。

更に、発明鋼 (6)を出発素材する場合には10% 窒素含有水素雰囲気
10 気の下において、最も良好な磁気的特性を表しており、本発明の100%水素雰囲気および5%の窒素含有水素雰囲気の下においても良好な特性を表すが、25% の窒素含有水素雰囲気の下においてはやはり磁性が劣化することを認めた。

15 実施例 17

上記実施例14の表11の発明鋼 (5)を利用して 200mmの厚さのスラブを製造して1275℃で3時間再加熱後熱間圧延をして2.3 mmの厚さの熱延板を造った。その次熱延板の焼鈍しを行わず1次冷間圧延し
20 て0.65mmの厚さ調整後、850℃の湿潤雰囲気において脱炭焼鈍しを経て0.30mmの厚さに最終冷間圧延を行った。次に2次回復の焼鈍しを省き直ちにMgO を主成分とする焼鈍し分離剤を塗布した後巻き取ってコイルの塊に造った後400℃まで急速加熱後700℃までの昇温速度を10-100℃/hr に変化させ、以後20℃/hr の昇温速度で1200℃
25 まで加熱し20時間均熱後冷却する最終高温焼鈍しの工程を経た。このときの雰囲気ガスは昇温中には25% 窒素 + 75%の水素であり、その他は 100% 水素雰囲気において行って在来式方向性電磁鋼板を製造した。これらの磁気的特性中磁束密度値と鉄損値を測定して下記表 15 に表した。

表 15

5 10 15	試片 No.	昇温速度 (°C/hr)		磁 気 的 特 性	
		400-700°C	700-1200°C	磁束密度 B_{10} (Tesla)	鉄損, $W_{17/50}$ (W/Kg)
	発明材 -43	10	20	1.86	1.17
	発明材 -44	25	20	1.86	1.19
	発明材 -45	50	20	1.84	1.26
	比較材 -29	100	20	1.80	1.47

15

上記表15に表したように、初期昇温速度が遅いほど磁気的特性が
 優秀であるが、本発明の条件のある50°C/hr までは良好な状態であ
 り、それ以上の昇温速度においては2次再結晶が不安定となり微細
 結晶粒が生ずることにより磁性が急激に劣化するから本発明の条件
 20 から取り除いた。

産業上の利用可能性

上記のように、本発明はスラブを一般鋼スラブの再加熱温度範囲
 25 に下げて加熱後2次再結晶安定化工程を行うにしても優秀磁気的特
 性を有する方向性電磁鋼板を製造可能なるため、変圧器、電動機、
 発電機およびその他電磁機器等の鉄芯材料分野により有用に利用す
 ることができる。

特許請求の範囲

1. 方向性電磁鋼板を製造する方法において、重量% で、C:0.035-0.050%, Si:2.9-3.3%, P:0.015%以下、溶存 Al:0.011-0.017%, N:0.0080-0.012%, S:0.007% 以下、NiとCrとの単独または複合:0.06-0.18%, Mn:0.32%以下、Cu:0.6% 以下、残部Feおよびその他不可避な不純物から組成し、Mn/S重量比が20.0以上であり、Cu/Mn 重量比が1.5 以上の鋼スラブを1250-1320 °Cの温度区間において、加熱し熱間圧延後、熱間圧延鋼板を脱炭焼鈍しを含む2回の冷間圧延により最終の厚さに調整後、中間焼鈍しおよびMgO を主成分とする焼鈍し分離剤を塗布した後、最終仕上げ焼鈍し処理することを特徴とする低温スラブ加熱方式の方向性電磁鋼板の製造方法.
2. 第1項において、熱間圧延鋼板を1次冷間圧延により0.60-0.75 mmの厚さにした後、820-870 °Cの湿潤水素雰囲気において、脱炭焼鈍しを行い、次いで、最終の厚さに2次冷間圧延を行った後、次いで、500-600 °Cにおいて、中間焼鈍しを行った後MgO を主成分とする焼鈍し分離剤を塗布し、1150-1200 °Cにおいて10時間以上の最終焼鈍しを行うことを特徴とする低温スラブ加熱方式の方向性電磁鋼板の製造方法.
3. 第1項または第2項において、上記の中間回復焼鈍しを省き、その代わりに上記最終仕上げ焼鈍時400-700 °Cにおける昇温速度を50°C/hr 以下に保つことを特徴とする低温スラブ加熱方式の方向性電磁鋼板の製造方法.
4. 第1項または第2項において、上記中間回復焼鈍しが 600-750 °Cの温度区間および P_{H_2O}/P_{H_2} が0.62-0.88 の湿潤雰囲気の下に45秒-2 分間行ってガラス被膜特性を向上させることを特徴とする低温スラブ加熱方式の方向性電磁鋼板の製造方法.

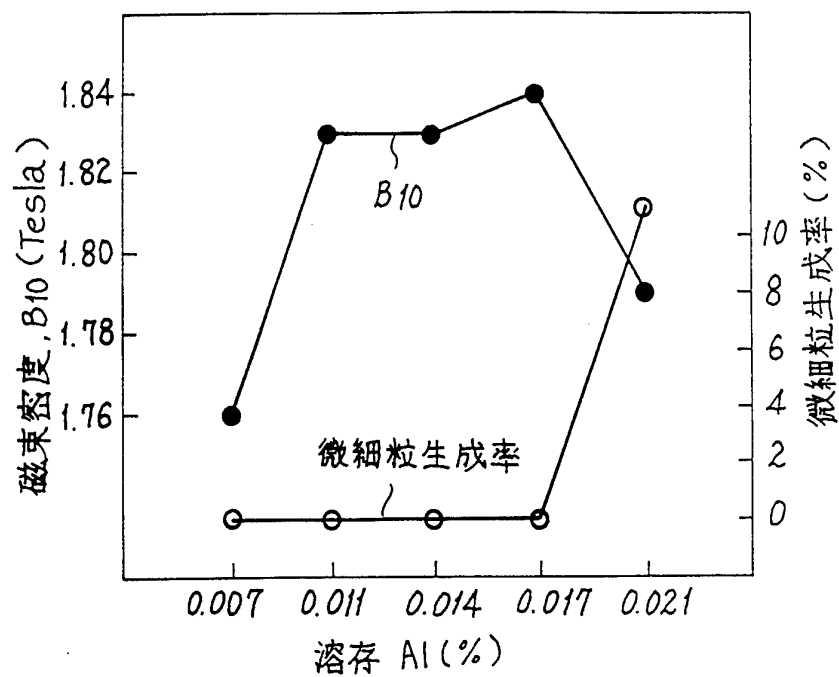
5. 第1項または第2項において、最終仕上げ焼鈍時400-700℃における昇温速度を20℃/hr以上に保つことを特徴とする低温スラブ加熱方式の方向性電磁鋼板の製造方法。
- 5 6. 低温スラブ加熱方式により方向性電磁鋼板を製造する方法において、重量%でC:0.020-0.050%, Si:2.9-3.3%, P:0.015% 以下、溶存 Al:0.018-0.030%, N:0.0080-0.012%, S:0.007-%以下、NiとCrとの単独または複合:0.06-0.18%, Mn:0.32%以下、Cu:0.6% 以下残部Feおよびその他不可避な不純物が組成される鋼スラブを1250-1320℃の温度区間において再加熱し熱間圧延をした後、以後、熱延板焼鈍しを行わず中間の脱炭焼鈍しを含んだ2回の冷間圧延により最終の厚さに調整した後、中間回復焼鈍しおよびMgOを主成分とする焼鈍し分離剤を塗布後、1150-1200℃において、最終仕上げ焼鈍しを行い、最終仕上げ焼鈍し時400-700℃において昇温速度を25℃/hr以上に保つことを特徴とする低温スラブ加熱方式の方向性電磁鋼板の製造方法。
- 10 15
7. 第8項において、中間回復焼鈍し自体を省き、上記最終仕上げ焼鈍し時400-700℃における昇温速度を50℃/hr以下に保つことを特徴とする低温スラブ加熱方式の方向性電磁鋼板製造方法。
- 20
8. 低温スラブ加熱方式により方向性電磁鋼板を製造する方法において、重量%でC:0.020-0.050%, Si:2.9-3.3%, P:0.015%以下、溶存 Al:0.07-0.012%, N:0.0080-0.012%, S:0.007% 以下、NiとCrとの単独または複合:0.06-0.18%, Mn:0.32% 以下、Cu:0.6% 以下、残部Feおよびその他不可避な不純物が組成の鋼スラブを1250-1320℃の温度区間において再加熱し熱間圧延した後、熱延板焼鈍しを行わず中間の脱炭焼鈍しを含む2回の冷間圧延により最終の圧延に調整した後、中間回復焼鈍しおよびMgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布後、100%水素雰囲気または10%以下の窒素含有水素雰囲気
- 25 30

気の下で1150-1200 °Cの温度区間まで昇温させ10時間以上保ち最終仕上げ焼鈍し処理することを特徴とする低温スラブ加熱方式の方向性鋼板の製造方法.

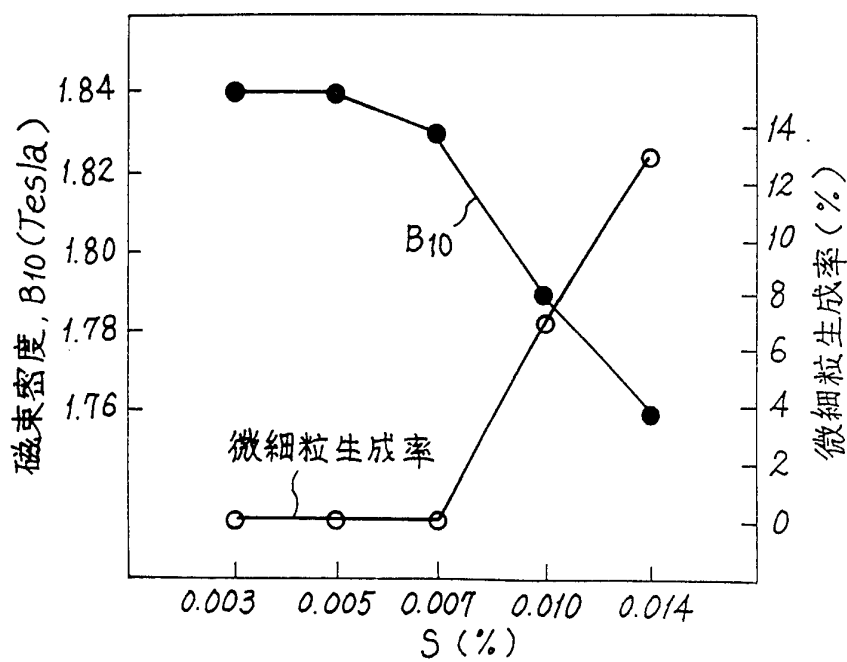
- 5 9. 第8項において, 中間回復焼鈍し自体を省き, 上記最終仕上げ焼鈍し時 400-700°Cにおける昇温速度を50°C/hr 以下に保つことを特徴とする低温スラブ加熱方式の方向性電磁鋼板製造方法.

1/3

第 1 図

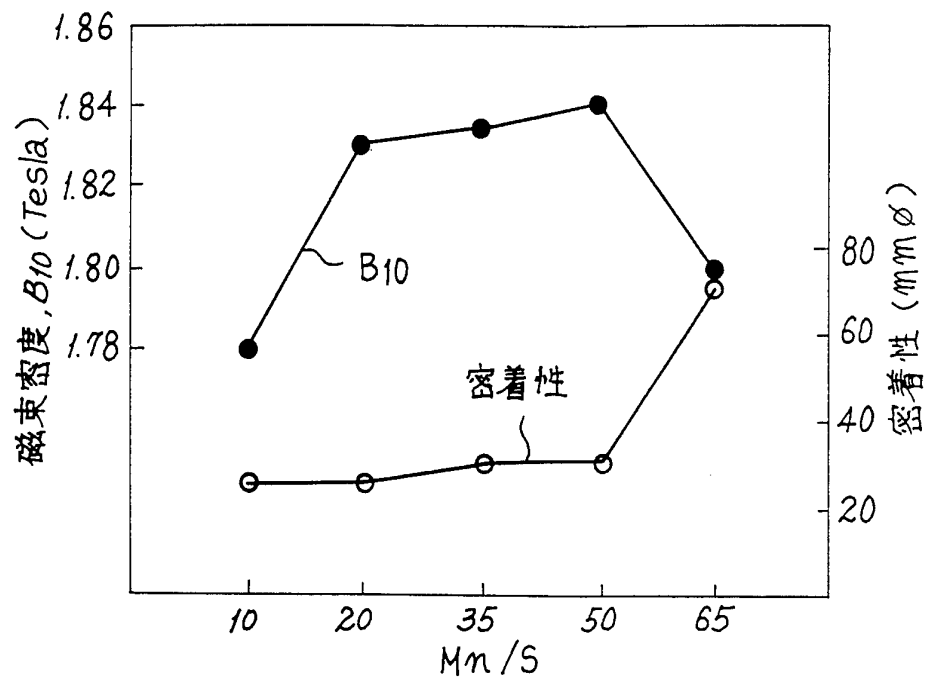


第 2 図

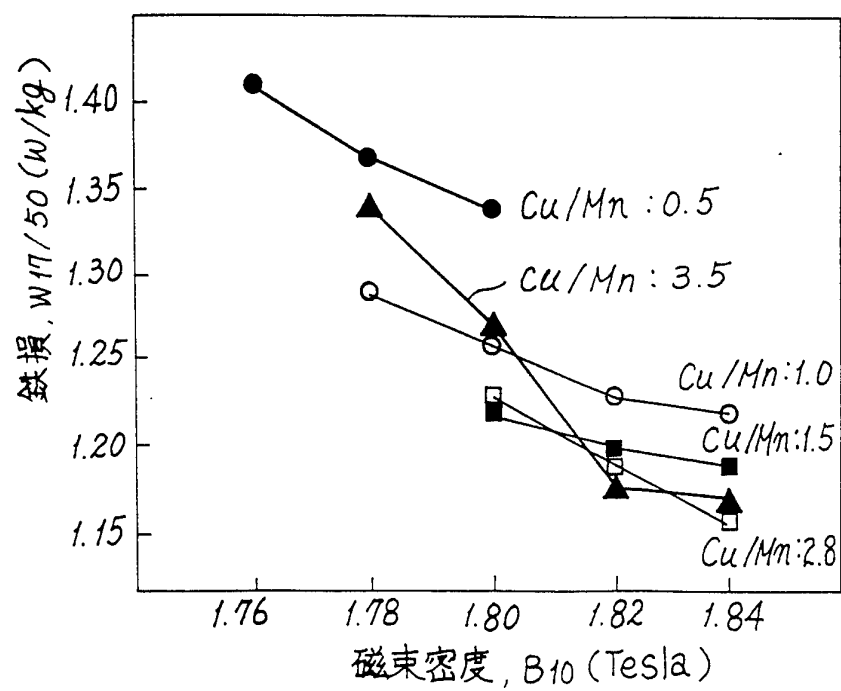


2/3

第 3 図

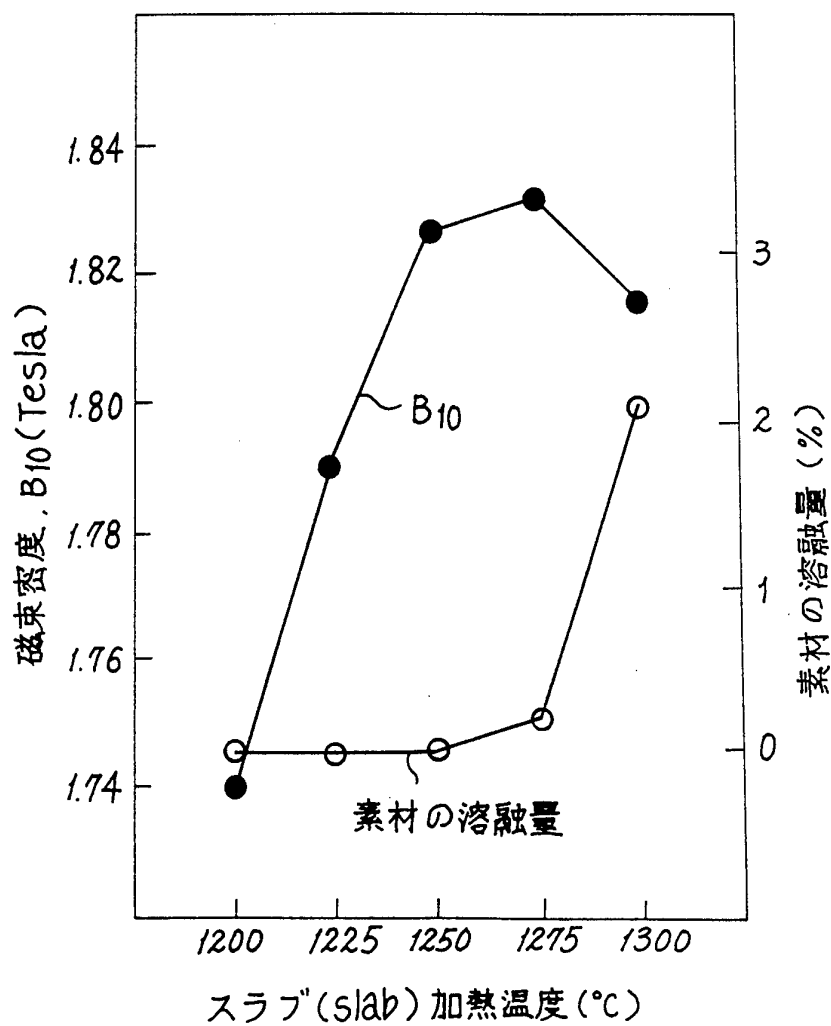


第 4 図



3/3

第 5 図



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR94/00160

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
Int. Cl ⁶ C21D8/12		
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)		
Int. Cl ⁶ C21D8/12		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
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, B2, 61-60896 (Nippon Steel Corp.), December 23, 1986 (23. 12. 86), & US, 4623407	1 - 9
A	JP, B2, 62-54846 (Nippon Steel Corp.), November 17, 1987 (17. 11. 87), (Family: none)	1 - 9
A	JP, B2, 62-50529 (Nippon Steel Corp.), October 26, 1987 (26. 10. 87), & US, 4692193	1 - 9
☐ 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 document 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 "T" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "X" 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 "Y" 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 "Z" 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 "K" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report
March 24, 1995 (24. 03. 95)		April 18, 1995 (18. 04. 95)
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. C21D8/12		
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		
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		
国際調査で利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 請求の範囲の番号
A	JP, B2, 61-60896 (新日本製鐵株式会社), 23. 12月. 1986 (23. 12. 86) & US, 4623407	1-9
A	JP, B2, 62-54846 (新日本製鐵株式会社), 17. 11月. 1987 (17. 11. 87) (ファミリーなし)	1-9
A	JP, B2, 62-50529 (新日本製鐵株式会社), 26. 10月. 1987 (26. 10. 87) & US, 4692193	1-9
☐ 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」 先行文献ではあるが、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	国際調査報告の発送日	
24. 03. 95	18. 04. 95	
名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100 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) 中 村 朝 幸 ㊞	4 K 7 3 5 6
電話番号 03-3581-1101 内線		3435