

(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
2024年8月8日(08.08.2024)



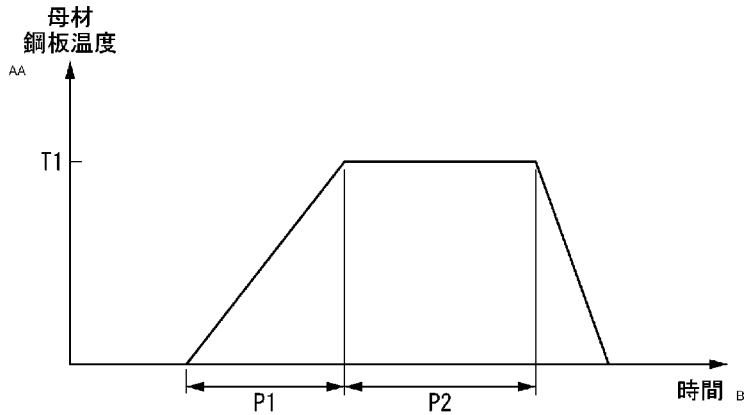
(10) 国際公開番号

WO 2024/162441 A1

- (51) 国際特許分類:
C21D 9/46 (2006.01) C22C 38/60 (2006.01)
C21D 8/12 (2006.01) C23C 22/00 (2006.01)
C22C 38/00 (2006.01) H01F 1/147 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2024/003318
- (22) 国際出願日: 2024年2月1日(01.02.2024)
- (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 2023-013747 2023年2月1日(01.02.2023) JP
- (71) 出願人: 日本製鉄株式会社 (NIPPON STEEL CORPORATION) [JP/JP]; 〒1008071 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 片岡 隆史 (KATAOKA Takashi); 〒1008071 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 日本製鉄株式会社内 Tokyo (JP). 竹田 和年 (TAKEDA Kazutoshi); 〒1008071 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 日本製鉄株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 松沼 泰史, 外 (MATSUNUMA Yasushi et al.); 〒1006620 東京都千代田区丸の内一丁目9番2号 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,

(54) Title: METHOD FOR MANUFACTURING GRAIN-ORIENTED ELECTROMAGNETIC STEEL SHEET

(54) 発明の名称: 方向性電磁鋼板の製造方法



AA Temperatura de base de metal de acero
BB Tiempo

(57) Abstract: This method for manufacturing a grain-oriented electromagnetic steel sheet includes a tension-applying insulating film forming step made up of an insulating film chemical solution application step for applying an insulating film chemical solution onto a surface of a surface-treated steel sheet the surface of which has been pickled, and a baking step for forming a tension-applying insulating film on the surface of the surface-treated steel sheet by performing a heat treatment on the surface-treated steel sheet on which the insulating film chemical solution has been applied. The heat treatment of the baking step includes a temperature raising stage and an isothermal stage. In the temperature raising stage, the steel sheet average temperature raising speed within a steel sheet temperature range of 100 °C to 600 °C is set to 10 °C/s to 400 °C/s in an environment in which the oxygen concentration is 1% to 21% by volume and the dew point is 0 °C to 30 °C. In the isothermal stage, the holding time of a constant steel sheet temperature in the range of 800 °C to 1000 °C is 5 seconds to 200 seconds in an isothermal environment of a constant value in a range in which the oxygen

WO 2024/162441 A1

[続葉有]

KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU,
LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, 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, SC, 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))

concentration is 1% to 15% and the environment dew point is -20°C to +40°C.

(57) 要約 : この方向性電磁鋼板の製造方法は、表面が酸洗された表面処理鋼板の表面に、絶縁被膜形成液を塗布する絶縁被膜薬液塗布工程と、前記絶縁被膜形成液が塗布された前記表面処理鋼板に熱処理を行うことによって、前記表面処理鋼板の表面上に張力付与絶縁被膜を形成する焼付工程とからなる張力付与絶縁被膜形成工程と、を有し、前記焼付工程の前記熱処理は、昇温過程と均熱過程とを有し、前記昇温過程では、100°C~600°Cの鋼板温度範囲における鋼板平均昇温速度を、酸素濃度が1体積%~21体積%でかつ露点が0°C~30°Cである雰囲気中で、10°C/秒~400°C/秒とし、前記均熱過程では、800°C~1000°Cの範囲内における一定の鋼板温度での保持時間を、水素濃度が1~15%、雰囲気露点が-20~+40°Cの範囲内における一定値の均熱雰囲気中で、5秒~200秒とする。

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、方向性電磁鋼板の製造方法に関する。

本願は、2023年02月01日に、日本に出願された特願2023-013747号に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

背景技術

[0002] 方向性電磁鋼板は、ケイ素（Si）を0.5質量%～7質量%程度含有し、二次再結晶と呼ばれる現象を活用して結晶方位を{110}〈001〉方位（Goss方位）に集積させた鋼板であり、軟磁性材料として主にトランスなどの鉄心に用いられている。方向性電磁鋼板の特性は、トランスの性能に大きな影響を及ぼすので、方向性電磁鋼板については良好な励磁特性及び低い鉄損を達成するために鋭意検討が進められてきた。

[0003] 方向性電磁鋼板の一般的な製造方法は、次の通りである。

まず、所定の化学組成を有する鋼片を加熱して熱間圧延を行い、熱延鋼板を製造する。得られた熱延鋼板に対して、必要に応じて熱延板焼鈍を実施した後、熱延鋼板を酸洗する。酸洗後の熱延鋼板に冷間圧延を行って、冷延鋼板を製造する。得られた冷延鋼板に対して脱炭焼鈍を行って、一次再結晶を発現させる。

その後、脱炭焼鈍後の冷延鋼板の表面に対して、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を含有する水性スラリーを塗布し、乾燥させる。その後、鋼板をコイルに巻取り、仕上焼鈍を行って、二次再結晶を発現させる。仕上焼鈍時においては、鋼板中における二次再結晶の発現と同時に、焼鈍分離剤中のMgOと、脱炭焼鈍時に冷延鋼板の表面に形成された内部酸化層中のSiO₂とが反応し、フォルステライト（Mg₂SiO₄）を主成分とするガラス被膜（以下、「一次被膜」とも称する）が母材鋼板の表面に形成される。

仕上焼鈍後（一次被膜の形成後）、一次被膜の上層に、例えばシリカ及び

リン酸塩を主成分とする薬液を塗布して焼き付けることにより、張力付与絶縁被膜（以下、「二次被膜」とも称する）が形成される。

[0004] ところで、上記一次被膜は、絶縁被膜として機能する他、この一次被膜の上層に形成される二次被膜の密着性を向上させる機能も有している。そして、一次被膜及び二次被膜の双方による張力によって、鉄損が低減する。しかしながら、一次被膜は非磁性相であるため、磁気特性の観点からは好ましいものではない。また、母材鋼板と一次被膜との界面は、一次被膜の根が母材鋼板に入り組んだ嵌合構造を有しており、磁壁移動の阻害を通じて鉄損の増加を引き起こす場合もある。

先行技術文献

特許文献

- [0005] 特許文献1：日本国特開平8－269560号公報
特許文献2：国際公開第2019／182149号
特許文献3：国際公開第2020／149345号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] 上記背景があるため、一次被膜無しの方角性電磁鋼板に関する発明が多くなされている。例えば上記特許文献1には、二次再結晶焼鈍工程前の焼鈍分離剤塗布工程において、焼鈍分離剤に塩化物を添加することで、一次被膜の生成抑制及びその剥離を指向する製造方法が開示されている。この製造方法は、その簡便性ゆえに、工業的価値が高い。

しかし、一次被膜を形成しない関係上、やはり二次被膜の密着性は十分でないため、例えば上記特許文献2においては、二次再結晶焼鈍後に二次被膜の塗布焼付工程を行う前に、母材鋼板の表面に凹凸を形成している。この製造方法によれば、母材鋼板と二次被膜との界面に生じるアンカー効果によって被膜密着性が確保される。しかしながら、この界面の凹凸が、方角性電磁鋼板が磁化される際の磁壁移動の障害になり、低鉄損化を妨げる要因となる

場合がある。

上記特許文献3では、二次被膜の薬液塗布に先立ち、母材鋼板に中間焼鈍を施している。この製造方法は、母材鋼板の表面に酸化膜を生成させ、二次被膜を密着させる際のバッファー層として利用するものであり、高い磁気特性と高い被膜密着性の両立が可能である。しかし、製造に際して中間焼鈍工程を必須とするため、製造負荷が高いという別の問題があった。

[0007] 本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであって、磁気特性を損なうことなく高い被膜密着性（二次被膜密着性）を有する方向性電磁鋼板を、中間焼鈍を行わずに製造できる、方向性電磁鋼板の製造方法の提供を目的とする。

課題を解決するための手段

[0008] 上記課題を解決して係る目的を達成するために、本発明は以下の態様を採用した。

(1) 本発明の一態様に係る方向性電磁鋼板の製造方法は、

化学組成として、質量%で、

C : 0.020%~0.150%、

Si : 3.00%~4.00%、

Mn : 0.01%~0.50%、

S : 0.0010%~0.0400%、

酸可溶性Al : 0.010%~0.050%、

N : 0.002%~0.020%、

Bi : 0.0000%~0.0200%、

P : 0.000%~0.100%、

Sn : 0.00%~0.50%、

Cu : 0.00%~0.50%、

Cr : 0.00%~0.50%、

Sb : 0.00%~0.20%、

Mo : 0.00%~0.10%、

Nb : 0.0000%~0.0200%、

B : 0.0000%~0.0200%、

Te : 0.0000%~0.0200%、

Ni : 0.00%~0.20%、

Se : 0.0000%~0.0200%、

を含み、残部がFe及び不純物であるスラブを、加熱し、熱間圧延を施すことで熱延鋼板を得る熱間圧延工程と、

前記熱延鋼板に熱延板焼鈍を施して熱延板焼鈍板を得た後に前記熱延板焼鈍板を酸洗溶液に浸漬する、熱延板焼鈍工程と、

前記熱延板焼鈍板に冷間圧延を施すことで冷延鋼板を得る冷間圧延工程と、

前記冷延鋼板に脱炭焼鈍を施して脱炭焼鈍板を得る脱炭焼鈍工程と、

前記脱炭焼鈍板の表面に、MgOとAl₂O₃と塩化物とを含有する焼鈍分離剤を塗布する分離剤塗布工程と、

前記焼鈍分離剤を塗布した前記脱炭焼鈍板に仕上焼鈍を施して仕上焼鈍板を得る仕上焼鈍工程と、

前記仕上焼鈍板の表面を酸洗して表面処理鋼板を得る表面処理工程と、

前記表面処理鋼板の表面に、リン酸アルミニウムおよびシリカを合計で80質量%以上含有する絶縁被膜形成液を塗布する絶縁被膜薬液塗布工程と、

前記絶縁被膜形成液が塗布された前記表面処理鋼板に熱処理を行うことによって、前記表面処理鋼板の表面上に張力付与絶縁被膜を形成する焼付工程とからなる張力付与絶縁被膜形成工程と、

を有し、

前記焼付工程の前記熱処理は、昇温過程と均熱過程とを有し、

前記昇温過程では、100℃~600℃の鋼板温度範囲における鋼板平均昇温速度を、酸素濃度が1体積%~21体積%でかつ露点が0℃~30℃である雰囲気中で、10℃/秒~400℃/秒とし、

前記均熱過程では、800℃~1000℃の範囲内における一定の鋼板

温度での保持時間を、水素濃度が1～15体積%、露点露点が-20～+40℃の範囲内における一定値の均熱露点露点中で、5秒～200秒とする。

(2) 上記(1)に記載の方向性電磁鋼板の製造方法では、

前記焼鈍分離剤において、前記MgOの含有量が0.0質量%以上79.5質量%以下、前記Al₂O₃の含有量が20.0質量%以上99.5質量%以下、残部が前記塩化物であってもよい。

(3) 上記(1)または(2)に記載の方向性電磁鋼板の製造方法では、

前記表面処理工程において、前記仕上焼鈍板を、塩酸、硫酸、硝酸、及びリン酸の少なくとも1種を含有してかつ合計の酸濃度が1体積%～20体積%であり、液温が50℃～90℃である処理液に、3秒～60秒間浸漬してもよい。

(4) 上記(1)～(3)のいずれかに記載の方向性電磁鋼板の製造方法では、

前記スラブが、前記化学組成として、質量%で、

Bi : 0.0000%超、0.0200%以下、

P : 0.000%超、0.100%以下、

Sn : 0.00%超、0.50%以下、

Cu : 0.00%超、0.50%以下、

Cr : 0.00%超、0.50%以下、

Sb : 0.00%超、0.20%以下、

Mo : 0.00%超、0.10%以下、

Nb : 0.0000%超、0.0200%以下、

B : 0.0000%超、0.0200%以下、

Te : 0.0000%超、0.0200%以下、

Ni : 0.00%超、0.20%以下、及び、

Se : 0.0000%超、0.0200%以下、

からなる群から選択される少なくとも1種を含有してもよい。

発明の効果

[0009] 本発明の上記各態様によれば、磁気特性を損なうことなく高い被膜密着性（二次被膜密着性）を有する方向性電磁鋼板を、中間焼鈍を行わずに製造できる。

図面の簡単な説明

[0010] [図1]本発明の一実施形態に係る方向性電磁鋼板の製造方法によって得られる、方向性電磁鋼板を示す断面模式図である。

[図2]同実施形態に係る方向性電磁鋼板の製造方法を示すフローチャートである。

[図3]同製造方法における焼付工程を説明する図であって、横軸が時間で縦軸が母材鋼板温度を示す。

発明を実施するための形態

[0011] 本発明の一実施形態に係る方向性電磁鋼板の製造方法を以下に説明する。ただし、本発明は、本実施形態に開示の構成及び工程のみに制限されることなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で種々の変更が可能である。また、下記する数値限定範囲には、下限値及び上限値がその範囲に含まれる。一方、「超」または「未満」と示す数値は、その値が数値範囲に含まれない。また、化学成分に関する％は、断りが無い限り質量％を意味する。

[0012] 図1は、本実施形態に係る方向性電磁鋼板の製造方法によって得られる、方向性電磁鋼板（本実施形態に係る方向性電磁鋼板）を示す断面模式図である。図1に示すように、本実施形態に係る方向性電磁鋼板1は、切断方向が板厚方向と平行な切断面を見たとき、母材鋼板2と、母材鋼板2の表面上に配された絶縁被膜である二次被膜3とを有する。母材鋼板2と二次被膜3との界面には、Fe-Al-P-O化合物を含む酸化層4のみが形成されており、ガラス被膜（以下、「一次被膜」とも称する）は実質的に存在していない。

母材鋼板2の平均板厚としては、0.17mm~0.29mmを例示できる。また、二次被膜3の平均膜厚としては1.0μm~6.0μmを例示できる。

[0013] 鉄損特性を向上させるためには、母材鋼板2の表面を平滑にして磁壁移動を容易にすることが有効である。また、母材鋼板2と二次被膜3とを密着させて、母材鋼板2に張力を付与して且つ、互いに重ね合わせた複数枚の方向性電磁鋼板1間の電氣的絶縁性を確保することが有効である。本実施形態に係る方向性電磁鋼板1では、二次被膜3が母材鋼板2上に接して配されること（一次被膜が存在しないこと）によって、母材鋼板2の表面平滑性を確保している。また、後述する製造方法において説明するように、二次被膜3の焼付工程における雰囲気条件、鋼板平均昇温速度、均熱温度の保持時間等を制御することにより、母材鋼板2と二次被膜3との界面に、 $Fe-AI-P-O$ 化合物を形成させて密着性を確保している。そのため、本実施形態に係る方向性電磁鋼板1は、鉄損特性及び被膜密着性に優れている。

[0014] $Fe-AI-P-O$ 化合物のうち、 Fe は母材鋼板2の地鉄成分に由来し、 AI 及び P は絶縁被膜形成液（絶縁被膜薬液）に由来する。地鉄側から被膜側へ向かって、 Fe イオンが被膜側に拡散し、その一方で、被膜側から地鉄側へ向かって、 AI 及び P イオンが拡散・濃化する。 Fe イオンと、 AI 或いは P イオンとが会合することで化学結合が発生し、結果として $Fe-AI-P-O$ 化合物が生成することになる。すなわち、被膜中のイオンと地鉄とが化学結合した結果（被膜が地鉄に対して密着した結果）、 $Fe-AI-P-O$ 化合物が、被膜と地鉄との界面で観察されることとなる。

[0015] 次に、図2及び図3を用いて、本実施形態に係る方向性電磁鋼板の製造方法を説明する。下記製造方法は例示であり、 $Fe-AI-P-O$ 化合物の形成に影響を及ぼさない限りにおいて、適宜の変更を加えても良い。図2は、本実施形態に係る方向性電磁鋼板の製造方法を示すフローチャートである。図3は、同製造方法における焼付工程を説明する図であって、横軸が時間で縦軸が母材鋼板温度を示す。

[0016] 本実施形態に係る方向性電磁鋼板の製造方法は、所定の化学組成を有するスラブ（鋼片）を、加熱し、熱間圧延を施すことで熱延鋼板を得る熱間圧延工程と、熱延鋼板に熱延板焼鈍を施して熱延板焼鈍板を得た後、熱延板焼鈍

板を酸洗溶液に浸漬して酸洗する熱延板焼鈍工程と、熱延板焼鈍板に冷間圧延を施すことで冷延鋼板を得る冷間圧延工程と、冷延鋼板に脱炭焼鈍を施して脱炭焼鈍板を得る脱炭焼鈍工程と、脱炭焼鈍板の表面に焼鈍分離剤を塗布する分離剤塗布工程と、焼鈍分離剤を塗布した脱炭焼鈍板に仕上焼鈍を施して仕上焼鈍板を得る仕上焼鈍工程と、仕上焼鈍板の表面を酸洗して表面処理鋼板を得る表面処理工程と、絶縁被膜形成液を塗布する絶縁被膜薬液塗布工程並びに昇温過程及びこの昇温過程の後に行われる均熱過程とを含み、表面処理鋼板の表面にリン酸アルミニウムおよびシリカを含有する張力付与絶縁被膜を形成する張力付与絶縁被膜形成工程と、を主に含む。

[0017] そして、前記昇温過程では、 $100^{\circ}\text{C}\sim 600^{\circ}\text{C}$ の鋼板温度範囲における鋼板平均昇温速度を、酸素濃度が1体積% \sim 21体積%でかつ露点が $0^{\circ}\text{C}\sim 30^{\circ}\text{C}$ である雰囲気中で、 $10^{\circ}\text{C}/\text{秒}\sim 400^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ としている。さらに、前記均熱過程では、 $800^{\circ}\text{C}\sim 1000^{\circ}\text{C}$ の範囲内における一定の鋼板温度での保持時間を、水素濃度が1 \sim 15体積%、雰囲気露点が $-20\sim +40^{\circ}\text{C}$ の範囲内における一定値の均熱雰囲気中で、5秒 \sim 200秒としている。

[0018] 上記各工程の詳細を以下に続けて説明する。以下の説明で、各工程の条件が記載されていない場合、公知の条件を適宜適応すればよい。

[熱間圧延工程]

熱間圧延工程では、所定の化学組成を有する鋼片（例えば、スラブ等の鋼塊）を熱間圧延する。例えば、熱間圧延工程に供するスラブ（鋼片）は、化学組成として、質量%で、

C : $0.020\%\sim 0.150\%$ 、

Si : $3.00\%\sim 4.00\%$ 、

Mn : $0.01\%\sim 0.50\%$ 、

S : $0.0010\%\sim 0.0400\%$ 、

酸可溶性Al : $0.010\%\sim 0.050\%$ 、

N : $0.002\%\sim 0.020\%$ 、

Bi : $0.0000\%\sim 0.0200\%$ 、

P : 0.000%~0.100%、
Sn : 0.00%~0.50%、
Cu : 0.00%~0.50%、
Cr : 0.00%~0.50%、
Sb : 0.00%~0.20%、
Mo : 0.00%~0.10%、
Nb : 0.0000%~0.0200%、
B : 0.0000%~0.0200%、
Te : 0.0000%~0.0200%、
Ni : 0.00%~0.20%、
Se : 0.0000%~0.0200%

を含み、残部がFe及び不純物からなればよい。

[0019] また、上記したスラブ（鋼片）は、化学組成として、質量%で、

Bi : 0.0000%超、0.0200%以下、
P : 0.000%超、0.100%以下、
Sn : 0.00%超、0.50%以下、
Cu : 0.00%超、0.50%以下、
Cr : 0.00%超、0.50%以下、
Sb : 0.00%超、0.20%以下、
Mo : 0.00%超、0.10%以下、
Nb : 0.0000%超、0.0200%以下、
B : 0.0000%超、0.0200%以下、
Te : 0.0000%超、0.0200%以下、
Ni : 0.00%超、0.20%以下、
Se : 0.0000%超、0.0200%以下、

からなる群から選択される少なくとも1種を含有してもよい。

[0020] C : 0.020%~0.150%

C（炭素）は、鋼片（スラブ）にとって基本元素である。Cは二次再結晶

におけるGoss方位の集積度を高める目的で含まれる。磁気特性改善に必要なC含有量は、スラブとして、0.020%以上、好ましくは0.040%以上、より好ましくは0.050%以上である。しかし、最終製品にCが過剰に残留すると、鉄損劣化の因子となり得る。そのため、脱炭焼鈍工程にて脱炭処理する必要がある。スラブとしてC含有量が0.150%を超える場合、脱炭処理が困難となるので、スラブのC含有量は、0.150%以下、好ましくは0.120%以下、より好ましくは0.100%以下である。

[0021] Si : 3.00%~4.00%

Si (シリコン) は、鋼片 (スラブ) にとって基本元素である。Si含有量が3.00%未満であると、渦電流損を十分に低減できないため、良好な磁気特性が得られない。そのため、Si含有量は3.00%以上とする。Si含有量は、好ましくは3.10%以上、より好ましくは3.20%以上である。一方で、Si含有量が4.00%を超えると、鋼板が脆化し、製造に際して通板性が顕著に劣化する。そのため、Si含有量は4.00%以下とする。Si含有量は、好ましくは3.80%以下、より好ましくは3.60%以下である。

[0022] Mn : 0.01%~0.50%

Mn (マンガン) は、鋼片 (スラブ) にとって基本元素である。Mn含有量が0.01%未満であると、インヒビターとして機能するMnS (Sの一部としてSeを用いた場合はMnSe) が形成しにくく、二次再結晶が十分に進行せず、良好な磁気特性が得られない。そのため、Mn含有量は0.01%以上とする。Mn含有量は、好ましくは0.03%以上、より好ましくは0.06%以上である。一方で、Mn含有量が0.50%を超えると、仕上焼鈍時に鋼が相変態し、二次再結晶が十分に進行せず、良好な磁気特性が得られないので、Mn含有量は0.50%以下とする。Mn含有量は、好ましくは0.30%以下、より好ましくは0.20%以下である。

[0023] S : 0.0010%~0.0400%

Se : 0.0000~0.0200%

S (硫黄) は、鋼片 (スラブ) にとって基本元素である。S は、インヒビターである MnS を形成する元素である。S 含有量は、スラブとして、0.0010% 以上、好ましくは 0.0100% 以上、より好ましくは 0.0150% 以上である。一方、スラブとして、S 含有量が 0.0400% を超えると、熱間脆性の原因となり、熱間圧延が困難になることがある。S 含有量は、スラブとして、0.0400% 以下、好ましくは 0.0350% 以下、より好ましくは 0.0300% 以下である。S も最終製品に過剰に残留すると、磁性劣化の原因と成り得る。そのため、S も、仕上焼鈍時に母材鋼板から除去 (純化) する必要がある。

Se (セレン) も MnSe を形成する元素であるため、S の一部に Se を用いてもよい (Se 含有量が 0.0000% 超であってもよい)。Se が過剰に存在する場合、二次再結晶が不安定化し、磁性劣化の原因となる可能性がある。そのため、Se 含有量は、0.0000% 以上、0.0200% 以下とする必要がある。Se 含有量は、好ましくは 0.0000% 以上、0.0150% 以下、より好ましくは 0.0000% 以上、0.0100% 以下である。

[0024] 酸可溶性 Al : 0.010% ~ 0.050%

酸可溶性 Al (アルミニウム) (sol. Al) は、鋼片 (スラブ) にとって基本元素である。酸可溶性 Al は、インヒビターである AlN を形成し、磁気特性を高めるために必要な元素である。酸可溶性 Al 含有量は、スラブとして、0.010% 以上、好ましくは 0.015% 以上、より好ましくは 0.020% 以上である。一方、スラブに酸可溶性 Al が過剰に含まれる場合、脆化が顕著になることがある。酸可溶性 Al 含有量は、スラブとして、0.050% 以下、好ましくは 0.040% 以下、より好ましくは 0.030% 以下である。N と同様に、酸可溶性 Al は、仕上焼鈍時に母材鋼板から除去 (純化) する必要がある。

[0025] N : 0.002% ~ 0.020%

N (窒素) は、鋼片 (スラブ) にとって基本元素である。N は、インヒビ

ターであるAlNを形成し、二次再結晶時にGoss方位の集積度を高めるために必要な元素である。インヒビター形成に必要なN含有量は、スラブとして、0.002%以上、好ましくは0.004%以上、より好ましくは0.006%以上である。一方、スラブとして、N含有量が0.020%を超えると、冷延時に鋼板中にブリストア（空孔）が生じるうえに、鋼板の強度が上昇し、製造時の通板性が悪化することがある。N含有量は、スラブとして、0.020%以下、好ましくは0.015%以下、より好ましくは0.010%以下である。Nは、Cと同様に、最終製品に過剰に残留すると、磁性劣化の原因と成り得る。そのため、Nは、仕上焼鈍時に除去（純化）する必要がある。

[0026] P : 0.000%~0.100%

P（燐）は、鋼片（スラブ）にとって選択元素である。P含有量が0.100%を超えると、鋼板の加工性が顕著に低下することがある。そのため、P含有量は0.100%以下であればよい。P含有量は、好ましくは0.070%以下、より好ましくは0.030%以下である。一方で、P含有量の下限値は、特に制限されず、0.000%であってもよい。ただ、Pは、集合組織を改善し、鋼板の磁気特性を改善する効果を有するので、P含有量を、0.000%超としてもよく、0.005%以上としてもよい。

[0027] Bi : 0.0000%~0.0200%

Bi（ビスマス）は、鋼片（スラブ）にとって選択元素である。Bi含有量が0.0200%を超えると、冷延時の通板性が劣化することがある。また、仕上焼鈍時の純化が不十分でBiが過剰に残留すると、磁気特性に悪影響を及ぼすことがある。そのため、Bi含有量は、0.0200%以下であればよい。Bi含有量は、好ましくは0.0150%以下、より好ましくは0.0100%以下である。一方で、Bi含有量の下限値は、特に制限されず、0.0000%であってもよい。ただ、Biは、磁気特性を向上させる効果を有するので、Bi含有量を、0.0000%超としてもよく、0.0005%以上としてもよい。

[0028] Sn : 0.00%~0.50%

Sn (スズ) は、鋼片 (スラブ) にとって選択元素である。Sn 含有量が 0.50% を超えると、二次再結晶が不安定となり、磁気特性に悪影響を及ぼすことがある。そのため、Sn 含有量は、0.50% 以下であればよい。Sn 含有量は、好ましくは 0.40% 以下、より好ましくは 0.30% 以下である。一方で、Sn 含有量の下限値は、特に制限されず、0.00% であってもよい。ただし、Sn は、Goss 方位の集積度を高めて、磁気特性を改善させる効果を有するので、Sn 含有量は、0.00% 超としてもよく、0.01% 以上としてもよく、さらには 0.03% 以上としてもよい。

[0029] Cu : 0.00%~0.50%

Cu (銅) は、鋼片 (スラブ) にとって選択元素である。Cu 含有量が 0.50% を超えると、熱間圧延中、鋼板が脆化することがある。そのため、Cu 含有量は 0.50% 以下であればよい。Cu 含有量は、好ましくは 0.40% 以下、より好ましくは 0.30% 以下である。一方で、Cu 含有量の下限値は、特に制限されず、0.00% であってもよい。ただ、Cu は、Goss 方位の集積度を高めて、磁気特性を改善させる効果を有するので、Cu 含有量は、0.00% 超としてもよく、0.01% 以上としてもよく、さらには 0.03% 以上としてもよい。

[0030] Cr : 0.00%~0.50%

Cr (クロム) は、鋼片 (スラブ) にとって選択元素である。Cr 含有量が 0.50% を超えると、Cr 酸化物を形成し、磁気特性に悪影響を及ぼすことがある。そのため、Cr 含有量は 0.50% 以下であればよい。Cr 含有量は、好ましくは 0.40% 以下、より好ましくは 0.30% 以下である。一方で、Cr 含有量の下限値は、特に制限されず、0.00% であってもよい。ただ、Cr は、Goss 方位の集積度を高めて、磁気特性を改善させる効果を有するので、Cr 含有量は、0.00% 超としてもよく、0.01% 以上としてもよく、さらには 0.03% 以上としてもよい。

[0031] Sb : 0.00%~0.20%

Sb (アンチモン) は、鋼片 (スラブ) にとって選択元素である。Sb 含有量が 0.20% を超えると、磁気特性に悪影響を及ぼすことがある。そのため、Sb 含有量は 0.20% 以下であればよい。Sb 含有量は、好ましくは 0.15% 以下、より好ましくは 0.10% 以下である。一方で、Sb 含有量の下限値は、特に制限されず、0.00% であってもよい。ただ、Sb は、インヒビターとして機能して二次再結晶を安定化する効果を有するので、Sb 含有量は、0.00% 超としてもよく、0.01% 以上としてもよい。

[0032] Mo : 0.00% ~ 0.10%

Mo (モリブデン) は、鋼片 (スラブ) にとって選択元素である。Mo 含有量が 0.10% を超えると、鋼板の圧延性に問題が生じることがある。そのため、Mo 含有量は 0.10% 以下であればよい。Mo 含有量は、好ましくは 0.05% 以下、より好ましくは 0.03% 以下である。一方で、Mo 含有量の下限値は、特に制限されず、0.00% であってもよい。ただ、Mo は、Goss 方位の集積度を高めて、磁気特性を改善させる効果を有するので、Mo 含有量は、0.00% 超としてもよく、0.01% 以上としてもよい。

[0033] Nb : 0.0000% ~ 0.0200%

Nb (ニオブ) は、鋼片 (スラブ) にとって選択元素である。Nb 含有量が 0.0200% を超えると、二次再結晶が不安定化することがある。そのため、Nb 含有量は 0.0200% 以下であればよい。Nb 含有量は、好ましくは 0.0100% 以下、より好ましくは 0.0050% 以下である。一方で、Nb 含有量の下限値は、特に制限されず、0.0000% であってもよい。ただ、Nb は、二次再結晶を安定化させる作用があるため、Nb 含有量は、0.0000% 超としてもよく、0.0005% 以上としてもよい。

[0034] B : 0.0000% ~ 0.0200%

B (ボロン) は、鋼片 (スラブ) にとって選択元素である。B 含有量が 0.0200% を超えると、二次再結晶が不安定化することがある。そのため

、B含有量は0.0200%以下であればよい。B含有量は、好ましくは0.0100%以下、より好ましくは0.0050%以下である。一方で、B含有量の下限値は、特に制限されず、0.0000%であってもよい。ただ、Bは、二次再結晶を安定化させる作用があるため、B含有量は、0.0000%超としてもよく、0.0005%以上としてもよい。

[0035] Te : 0.0000%~0.0200%

Te (テルル) は、鋼片 (スラブ) にとって選択元素である。Te含有量が0.0200%を超えると、熱延や冷延時に破断することがある。そのため、Te含有量は0.0200%以下であればよい。Te含有量は、好ましくは0.0150%以下、より好ましくは0.0100%以下である。一方で、Te含有量の下限値は、特に制限されず、0.0000%であってもよい。ただ、Teは、二次再結晶を安定化させる作用があるので、Te含有量は、0.0000%超としてもよく、0.0005%以上としてもよい。

[0036] Ni : 0.00%~0.20%

Ni (ニッケル) は、鋼片 (スラブ) にとって選択元素である。Niは、冷間圧延の際に生じる結晶方位回転に影響を与え、二次再結晶にとって好ましいテクスチャーを得るための有効な元素である。また、比抵抗を高めて鉄損を低減させるのに有効な元素でもある。そのため、含有させてもよい。Niを含有させる場合は、これら効果を得るため、Ni含有量を0.00%超とすることが好ましく、0.01%以上とすることがより好ましい。

一方、Ni含有量が0.20%を超える場合には、二次再結晶が不安定になることがある。そのため、含有させる場合、Ni含有量は0.20%以下とする。Ni含有量は、好ましくは0.15%以下、より好ましくは0.10%以下である。

[0037] 熱間圧延工程に供する鋼片 (スラブ) は、不純物を含有してもよい。「不純物」とは、鋼を工業的に製造する際に、原料としての鉱石やスクラップから、または製造環境等から混入するものを指す。

熱間圧延工程に供する鋼片 (スラブ) の化学組成は、一般的な分析方法に

よって測定すればよい。例えば、ICP-AES (Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry) を用いて測定すればよい。酸可溶性 Al は、試料を酸で加熱分解した後の濾液を用いて ICP-AES によって測定すればよい。また、C および S は燃焼-赤外線吸収法を用い、N は不活性ガス融解-熱伝導度法を用いて測定すればよい。

[0038] 熱間圧延工程では、まず、スラブ（鋼片）を加熱処理する。加熱温度は、例えば 1200℃ 以上 1600℃ 以下とすればよい。加熱温度は 1280℃ 以上であることが好ましく、1500℃ 以下であることが好ましい。次いで、加熱されたスラブを熱間圧延する。熱間圧延後の熱延鋼板の板厚は、例えば、2.0mm 以上 3.0mm 以下の範囲であることが好ましい。

[0039] [熱延板焼鈍工程]

熱延板焼鈍工程では、熱間圧延工程で得られた熱延鋼板を焼鈍する。この熱延板焼鈍によって、鋼板中で再結晶が生じ、最終的に良好な磁気特性を実現することが可能となる。熱延板焼鈍の条件は、特に限定されないが、例えば、熱延鋼板に対して 900℃ ~ 1200℃ の温度域で 10 秒 ~ 5 分間の焼鈍を行えばよい。

この熱延板焼鈍工程の後、酸洗を続けて行う。この酸洗では、熱延板焼鈍後の熱延鋼板の表面を酸洗溶液に浸漬することで酸洗して、熱延板焼鈍板を得る。

[0040] [冷間圧延工程]

冷間圧延工程では、熱延板焼鈍工程後の熱延板焼鈍板に 1 回の冷間圧延または中間焼鈍を間に挟んだ複数回の冷間圧延を施す。ここで言う「1 回」は、1 パスまたは複数パスの冷間圧延または中間焼鈍を 1 回、行うことを意味する。冷間圧延の間に中間焼鈍を行う場合、中間焼鈍の加熱方式は、特に限定されない。また、冷間圧延は中間焼鈍を挟んで 3 回以上に分けて行ってもよいが、製造コストが増大するため、1 回または 2 回の冷間圧延とすることが好ましい。

[0041] 冷間圧延での最終の冷延圧下率（中間焼鈍を行わない累積冷間圧延率、または中間焼鈍を行った場合、最後の中間焼鈍の後の累積冷間圧延率）は、例えば、80%以上95%以下の範囲とすればよい。最終の冷延圧下率を上記範囲内とすることにより、最終的に{110}〈001〉方位への集積度を高めることができるとともに、二次再結晶が不安定化することを抑制することができる。冷間圧延が施された冷延鋼板の板厚は、通常、最終的に製造される方向性電磁鋼板の母材鋼板の板厚（最終板厚）となる。冷間圧延後の冷延鋼板の板厚は、例えば、0.15mm以上0.30mm以下の範囲であることが好ましい。

[0042] [脱炭焼鈍工程]

脱炭焼鈍工程では、冷間圧延工程で得られた冷延鋼板を脱炭焼鈍する。この脱炭焼鈍によって、冷延鋼板中に含まれるCが除去されて、一次再結晶が生じる。脱炭焼鈍は、冷延鋼板中に含まれるCを除去するために湿潤雰囲気中で行うことが好ましく、例えば、湿潤雰囲気中、700℃～1000℃の温度域で10秒～10分間の焼鈍を行えばよい。また、磁性改善の観点で、昇温工程において、500℃～800℃の温度域を100℃/秒以上、3000℃/秒以下としてもよい。

[0043] また、脱炭焼鈍後で且つ焼鈍分離剤を塗布する前に、窒化処理を実施してもよい。窒化処理では、脱炭焼鈍後の脱炭焼鈍板に対して、窒化処理を実施して、窒化処理鋼板を製造する。例えば、水素、窒素、及びアンモニア等の窒化能を有するガスを含む雰囲気中、700℃～850℃の温度域で10秒～60秒間の焼鈍を行えばよい。

[0044] [分離材塗布工程]

分離材塗布工程では、後の仕上焼鈍工程時にコイル状に巻いた鋼板が焼付くことを防止するために、仕上焼鈍工程前に、脱炭焼鈍工程で得られた（必要に応じてさらに窒化処理が実施された）脱炭焼鈍板に焼鈍分離剤を塗布して乾燥させる。

焼鈍分離剤は、マグネシア（MgO）とアルミナ（Al₂O₃）と塩化物と

を含有する。焼鈍分離剤に占める各成分は、固形分換算で、 MgO と Al_2O_3 の合計含有量が80.0質量%以上99.5質量%以下であり、残部が塩化物であることが好ましい。すなわち、焼鈍分離剤における塩化物の含有量は、100質量%から MgO と Al_2O_3 の合計含有量を差し引いた値であり、0.5質量%以上20.0質量%以下であることが好ましい。前記残部には、不純物が含まれる場合がある。

焼鈍分離剤において、 MgO 単体として取り得る含有量は0.0質量%以上79.5質量%以下であることが好ましく、 Al_2O_3 単体として取り得る含有量は20.0質量%以上99.5質量%以下であることが好ましい。

MgO と Al_2O_3 の合計含有量は、より好ましくは85.0質量%以上であり、さらに好ましくは90.0質量%以上である。また、 MgO と Al_2O_3 の合計含有量は、より好ましくは99.0質量%以下であり、さらに好ましくは95.0質量%以下である。

一方、残部である塩化物の含有量は、より好ましくは1.0質量%以上であり、さらに好ましくは5.0質量%以上である。また、塩化物含有量は、より好ましくは15.0質量%以下であり、さらに好ましくは10.0質量%以下である。

塩化物について特段の指定はないものの、例えばオキシ塩化ビスマス ($BiOC1$) や三塩化ビスマス ($BiCl_3$) や塩化カルシウム、塩化鉄、塩化コバルト、塩化ニッケルなどが考えられる。

[0045] [仕上焼鈍工程]

分離材塗布工程に続く仕上焼鈍工程では、焼鈍分離剤が予め塗布された脱炭焼鈍板に対し、仕上焼鈍を施す。仕上焼鈍は、鋼板をコイル状に巻いた状態で長時間焼鈍を行う。

仕上焼鈍の焼鈍条件は、特に限定されず、公知の条件を適宜採用すればよい。例えば、仕上焼鈍では、焼鈍分離剤を塗布して乾燥した脱炭焼鈍板を、1000℃以上1300℃以下の温度域で、10時間以上60時間以下保持すればよい。仕上焼鈍時の雰囲気は、例えば窒素雰囲気または窒素と水素と

の混合雰囲気とすればよい。また、仕上焼鈍後に、仕上焼鈍板の表面を水洗して除粉を行ってもよい。

[0046] この仕上焼鈍により、鋼板にて二次再結晶が起こり、結晶方位が $\{110\} \langle 001 \rangle$ 方位に配向する。この二次再結晶組織は、圧延方向に磁化容易軸が揃っており、結晶粒が粗大である。この二次再結晶組織に起因して、優れた磁気特性が得られる。本実施形態では、焼鈍分離剤が塩化物を含有するため、一次被膜の形成が抑制されて、仕上焼鈍板の表面が平滑になる。

また、仕上焼鈍時の雰囲気を水素雰囲気に変更して純化处理を行ってもよい。この純化处理により、鋼板に鋼組成として含まれる Al、N、S（Sの一部として Se を用いた場合は、Se も含む）などの元素が系外へ排出されて、鋼板が純化される。

この仕上焼鈍工程によって仕上焼鈍板を得た後、中間焼鈍を行うことなく、表面処理工程が続けて行われる。

[0047] [表面処理工程]

本工程では、仕上焼鈍工程で得られた仕上焼鈍板の表面を酸洗して表面処理鋼板を得る。このときの酸洗条件は特に指定されないが、例えば、仕上焼鈍板を、特定濃度の酸（処理液）に浸漬させればよい。処理液は、塩酸、硫酸、硝酸、及び、リン酸の少なくとも1種を含有し、合計の酸濃度が1体積%~20体積%であり、液温が50℃~90℃であることが好ましい。この処理液を用いて、仕上焼鈍板を3秒~60秒間、表面処理することが好ましい。

[0048] 本工程では、仕上焼鈍板の表面に付着している、焼鈍分離剤の除去を行う。その際、仕上焼鈍板の表面にエッチピットを作らない条件で表面処理を行うことが好ましい。そのために、上記の各条件を複合的に且つ不可分に制御すればよい。例えば、上記条件のうちの何らかの条件について酸洗強度を高めるならば、上記条件のうちの他の条件について酸洗強度を弱めるように変更することで、表面の平滑状態を確保すればよい。当業者ならば、酸洗挙動を含めた表面制御を実行できるので、上記の各条件が酸洗強度に与える影響

を考慮すれば、上記の各条件を組み合わせることで表面状態を制御することが可能である。

[0049] 処理液の合計酸濃度が1体積%未満であると、仕上焼鈍板の表面の焼鈍分離剤を除去することが難しい。焼鈍分離剤が表面に残留することは、次の張力付与絶縁被膜形成工程で内部酸化 SiO_2 を形成されにくくする。一方で、処理液の合計酸濃度が20体積%超であると、仕上焼鈍板の表面にエッチピットが形成されやすい。同様に、処理液の液温が50℃未満であると、活性な表面状態が得られず、また処理液の液温が90℃超であると、エッチピットが形成されやすい。同様に、表面処理の処理時間が3秒未満であると、活性な表面状態が得られず、また表面処理の処理時間が60秒超であると、エッチピットが形成されやすい。

[0050] [張力付与絶縁被膜形成工程]

張力付与絶縁被膜形成工程は、表面処理工程に続いて行われる。この張力付与絶縁被膜形成工程は、表面処理鋼板の表面にリン酸アルミニウムおよびシリカを含有する張力付与絶縁被膜を形成するものであり、絶縁被膜薬液塗布工程と焼付工程とを有する。

絶縁被膜薬液塗布工程では、表面処理鋼板の表面に、リン酸アルミニウムおよびシリカを含有する絶縁被膜形成液（以下、「絶縁被膜薬液」とも称する）を塗布する。リン酸アルミニウム及びシリカの合計含有量は、80質量%以上である。リン酸アルミニウム及びシリカの合計含有量は、好ましくは90質量%以上であり、より好ましくは95質量%以上である。絶縁被膜薬液には、クロムが含まれないことが好ましい。

シリカは、特定の性状のシリカに限定されない。粒子サイズも、特定の粒子サイズに限定されないが、200nm（数平均粒径）以下が好ましい。例えば5nm～30nmであればよい。粒子サイズが200nmを超えると、塗布液中で沈降する可能性がある。

[0051] 絶縁被膜薬液塗布工程に続く焼付工程では、絶縁被膜薬液が塗布された表面処理鋼板に熱処理を行うことによって、表面処理鋼板の表面上に絶縁被膜

(二次被膜3)が形成される。この絶縁被膜(張力付与絶縁被膜)は、方向性電磁鋼板に張力を付与することにより、鋼板単板としての鉄損を低下させるとともに、方向性電磁鋼板を積層して使用する際に、鋼板間の電氣的絶縁性を確保することにより、鉄心としての鉄損を低下させる。

[0052] 焼付工程で行う熱処理について、図3を用いて説明する。図3は、焼付工程を説明する図であって、横軸が時間で縦軸が母材鋼板温度を示す。

焼付工程は、表面処理鋼板を加熱して昇温させる昇温過程P1と、昇温過程P1の後に行われる均熱過程P2とを含む。

[0053] <昇温過程P1>

昇温過程P1は、表面処理鋼板の表面とこの表面に接する絶縁被膜薬液との界面における両者間の相互作用を制御する重要な工程である。昇温過程P1では、100℃～600℃の鋼板温度範囲における鋼板平均昇温速度を、酸素濃度が1体積%～21体積%でかつ露点が0℃～30℃である雰囲気中で、10℃/秒～400℃/秒とする。

昇温過程P1では、昇温時の雰囲気を上記範囲とすることにより、絶縁被膜薬液中のAl(PO)₄とSiO₂の還元が抑制されるので、高い被膜密着性を得ることができる。

[0054] 昇温過程P1においては、表面処理鋼板から絶縁被膜薬液中にFeが溶け出していき、絶縁被膜薬液中にFe原子が拡散していく。FeはAl(PO)₄に固溶し、Fe-Al-P-O化合物の核が母材鋼板表面に形成される。昇温過程P1での鋼板平均昇温速度が400℃/秒を超えると、Fe-Al-P-O化合物が生成されないため、鋼板平均昇温速度は400℃/秒以下とする。

逆に、昇温過程P1を徐加熱としてその鋼板平均昇温速度を10℃/秒未満にすると、絶縁被膜薬液と母材鋼板表面との界面にFeOやFe₃O₄が形成される。これらFeO及びFe₃O₄は、被膜剥離の起点になるため、被膜密着性の向上を阻害する要因となる。そのため、鋼板平均昇温速度は10℃/秒以上とする。鋼板平均昇温速度は、好ましくは20℃/秒以上であり、

より好ましくは50℃/秒以上である。

[0055] FeOやFe₃O₄が析出する鋼板温度は400℃～600℃である。したがって、少なくとも400℃～600℃の温度範囲における鋼板平均昇温速度を、10℃/秒～400℃/秒の範囲に制御することが考えられる。しかしながら、400℃～600℃という狭い温度範囲においてのみ鋼板平均昇温速度を制御するには、特殊な設備が必要になるので、鋼板平均昇温速度の制御開始時を、100℃程度の比較的低い温度域に設定してもよい。ただし、その場合でも、400℃～600℃の温度範囲における鋼板平均昇温速度を、10℃/秒～400℃/秒の範囲に制御する。

[0056] また、雰囲気中の酸素濃度が1体積%未満であると、絶縁被膜薬液と鋼板界面にFe₂SiO₄やSiO₂の酸化膜が生成する。これらの酸化膜はFe-AI-P-Oの形成を抑制する作用があるため、被膜密着性は劣位となる。一方、酸素濃度が21体積%超であると、絶縁被膜薬液と鋼板との界面においてFeOやFe₃O₄が生成し、被膜密着性は劣位となる。

また、雰囲気の露点が0℃未満であると、Fe₂SiO₄やSiO₂の酸化膜が、界面に生成するため、被膜密着性は劣位となる。一方、露点が30℃超であると、FeOやFe₃O₄が界面に生成し、被膜密着性は劣位となる。

[0057] 鋼板温度が600℃に達した時点で必要十分なFe-AI-P-O化合物の核が母材鋼板表面に形成されている。そして、この600℃に達した時点以降から均熱過程P2の開始までの間におけるヒートサイクルは、Fe-AI-P-O化合物の核に対して大きな影響を及ぼさない。そのため、鋼板温度が600℃に達した時点で一旦室温に下げてからその後に再加熱を開始して均熱過程P2を行っても良い。あるいは、図3に示すように、鋼板温度が600℃に達した後も昇温を続けて均熱温度T1（800℃～1000℃の範囲内における一定の鋼板温度）まで加熱し、そしてそのまま続けて均熱過程P2を行ってもよい。これらの何れの場合においても、一旦生成されたFe-AI-P-O化合物の核は、母材鋼板表面にそのまま残った状態となる。

[0058] <均熱過程 P 2 >

続く均熱過程 P 2 では、鋼板温度を図 3 の均熱温度 T 1 に保持する。均熱温度 T 1 は、具体的には、800℃～1000℃の範囲内より選定される一定の鋼板温度である。そして、均熱過程 P 2 では、均熱雰囲気は、例えば、不活性ガス（窒素あるいはアルゴン）と、水素と、水蒸気との混合ガスである。このとき、均熱雰囲気中の水素濃度を 1～15 体積%とし、露点を -20～+40℃とする。そして、均熱過程 P 2 の温度保持時間は、5 秒～200 秒の範囲内とする。

保持時間が、5 秒未満であると昇温過程 P 1 で生成した Fe-AI-P-O 化合物の核生成に必要な時間が確保できず、被膜密着性は劣位となる。一方 200 秒超であると、二次被膜が結晶化してしまうため、被膜密着性は劣位となる。

[0059] この均熱過程 P 2 は、昇温過程 P 1 で生成した Fe-AI-P-O 化合物の核を成長させる重要な工程であり、特に均熱温度と均熱雰囲気の双方の制御が重要である。均熱温度 T 1 が 800℃未満である場合、Fe-AI-P-O 化合物の核が十分に成長できず、その結果として十分な被膜密着性が確保できない。よって、均熱温度 T 1 は 800℃以上とする。均熱温度 T 1 は、好ましくは 820℃以上であり、より好ましくは 840℃以上である。

[0060] 逆に、均熱温度 T 1 が 1000℃超である場合、生成された二次被膜が結晶化してしまい、被膜剥離に繋がる虞がある。よって、被膜密着性の劣化を防ぐ観点から、均熱温度 T 1 は 1000℃以下とする。均熱温度 T 1 は、好ましくは 950℃以下であり、より好ましくは 900℃以下である。

以上の理由より、均熱過程 P 2 における均熱温度 T 1 を 800℃～1000℃の範囲内における一定の鋼板温度に制御する必要がある。

[0061] また、均熱過程 P 2 では、均熱雰囲気の制御も重要である。具体的には、焼鈍雰囲気の水素濃度を 1～15 体積%とし、かつ、雰囲気露点が -20～+40℃の範囲で略一定値（例えば±5℃）になるよう制御する。この制御により、昇温過程 P 1 で生成した Fe-AI-P-O 化合物の核が最も安定

的に成長する。もし、水素濃度が1%を下回る状態で均熱過程P2を行った場合、被膜密着性の劣化因子であるFeO等のFe系酸化物が生成する虞がある。そのため、水素濃度は1体積%以上とする。水素濃度は、好ましくは2体積%以上であり、より好ましくは3体積%以上である。

また雰囲気露点が-20℃を下回る場合、昇温過程P1で生成したFe-AI-P-O化合物の核が還元されてしまうため、被膜密着性が劣化する。雰囲気露点は-20℃以上とする。雰囲気露点は、好ましくは、0℃以上、より好ましくは15℃以上である。

[0062] 一方、雰囲気中の水素濃度が15体積%を超える場合、Fe-AI-P-O化合物からFePが生成される可能性がある。FePは二次被膜内にボイドを形成させる原因となる。二次被膜内にボイドが多数発生すると、被膜剥離の原因となり、被膜密着性を著しく低下させる。そのため、水素濃度は15体積%以下とする。水素濃度は、好ましくは10体積%以下であり、より好ましくは5体積%以下である。

また、雰囲気露点が+40℃を超える場合、被膜密着性の劣化因子であるFeO等のFe系酸化物が生成する虞がある。そのため、雰囲気露点は+40℃以下である。雰囲気露点は、好ましくは+35℃以下であり、より好ましくは+30℃以下である。

[0063] 以上の各工程により、図1に示した方向性電磁鋼板1が製造される。

二次被膜形成後、必要に応じて、形状矯正のための平坦化焼鈍を施しても良い。鋼板に対して平坦化焼鈍を行うことで、更に鉄損を低減させることが可能となる。

また、二次被膜形成工程前または二次被膜形成工程後に、必要に応じて、磁区制御処理を行ってもよい。磁区制御処理を行うことで、方向性電磁鋼板の鉄損をより低減させることができる。

磁区制御処理を二次被膜形成工程前に行う場合には、圧延方向に交差する方向に延びる線状、または点状の溝部を、圧延方向に沿って所定間隔で形成すればよい。また、磁区制御処理を二次被膜形成工程後に行う場合には、圧

延方向に交差する方向に延びる線状、または点状の応力歪部を、圧延方向に沿って所定間隔で形成すればよい。磁区制御処理によって、 180° 磁区の幅が狭くなる（ 180° 磁区が細分化される）。

溝部を形成する場合には、歯車などによる機械的溝形成法、電解エッチングによる化学的溝形成法、および、レーザー照射による熱的溝形成法などが適用できる。また、応力歪部を形成する場合には、レーザービーム照射、電子線照射などが適用できる。

[0064] 以上説明の方向性電磁鋼板の製造方法によれば、従来必要であった中間焼鈍工程を必須とすることなく、高い磁気特性と高い被膜密着性とを有する方向性電磁鋼板を製造することができる。

実施例

[0065] 次に、実施例により本発明の一態様の効果を更に具体的に説明するが、本実施例での各種条件は、本発明の実施可能性及び効果を確認するために採用した例示であり、本発明は、これら例示のみに限定されるものではない。本発明は、本発明の要旨を逸脱せず、本発明の目的を達成する限りにおいて、種々の条件を採用し得る。

[0066] まず、熱間圧延工程では、下表 1 に示す化学組成のスラブ（鋼片）No. a～l を準備した。

[0067]

[表1]

スラブ No.	スラブの化学組成(質量%、残部:Fe及び不純物)																	
	C	Si	Mn	S	sol.Al	N	P	Cu	Sn	Cr	B	Te	Nb	Ni	Sb	Bi	Se	Mo
a	0.037	3.08	0.02	0.0060	0.015	0.003	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
b	0.125	3.82	0.45	0.0310	0.015	0.018	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
c	0.066	3.35	0.06	0.0200	0.026	0.006	0.020	-	0.15	-	-	-	-	-	-	0.0080	0.0056	-
d	0.066	3.35	0.06	0.0200	0.026	0.006	0.010	-	-	-	-	-	-	-	-	0.0051	0.0023	-
e	0.082	3.38	0.07	0.0245	0.029	0.006	-	0.15	-	-	-	-	-	-	0.02	-	-	0.03
f	0.079	3.38	0.07	0.0245	0.029	0.008	-	0.15	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
g	0.081	3.42	0.08	0.0255	0.026	0.008	0.020	-	0.05	-	-	-	-	-	-	0.0035	-	0.01
h	0.074	3.42	0.08	0.0255	0.025	0.008	0.005	-	-	0.05	-	-	-	-	-	0.0082	-	-
i	0.072	3.46	0.12	0.0278	0.030	0.009	0.005	0.05	-	0.10	-	-	-	-	-	0.0095	-	-
j	0.068	3.46	0.12	0.0278	0.030	0.009	0.010	0.05	-	-	-	0.0015	-	-	-	-	-	-
k	0.059	3.51	0.16	0.0155	0.021	0.006	-	-	-	-	-	-	0.0043	0.10	-	-	0.0085	-
l	0.085	3.51	0.16	0.0165	0.021	0.006	-	-	-	-	0.0015	-	-	0.05	-	-	-	-

[0068] 具体的には、スラブNo. a~lの全てにおいて、その化学組成を、質量%で、

C : 0.020%~0.150%、
Si : 3.00%~4.00%、
Mn : 0.01%~0.50%、
S : 0.0010%~0.0400%、
酸可溶性Al : 0.010%~0.050%、
N : 0.002%~0.020%、

を含み、残部がFe及び不純物からなるものとした。

また、スラブNo. c~lにおいては、化学組成として、質量%で、

Bi : 0.0200%以下、
P : 0.100%以下、
Sn : 0.50%以下、
Cu : 0.50%以下、
Cr : 0.50%以下、
Sb : 0.20%以下、
Mo : 0.10%以下、
Nb : 0.0200%以下、
B : 0.0200%以下、
Te : 0.0200%以下、
Ni : 0.20%以下、
Se : 0.0200%以下、

からなる群から選択される少なくとも1種をさらに含有させた。

そして、このスラブNo. a~lを1350℃に加熱して熱間圧延に供し、板厚2.3mmの熱延鋼板とした。

[0069] 続いて、熱延板焼鈍工程では、熱間圧延工程で得られた熱延鋼板に、1100℃で120秒間の熱延板焼鈍を行い、さらにその表面を、酸洗溶液に浸漬することで酸洗した。このようにして、熱延板焼鈍板を得た。

続いて、冷間圧延工程では、熱延板焼鈍工程後の熱延板焼鈍板に対し、一回の冷間圧延又は中間焼鈍を挟む複数回の冷間圧延を施して、最終板厚が表

2 A～表 2 C 及び表 3 A～表 3 C に示される値の冷延鋼板とした。

[0070] 続いて、脱炭焼鈍工程では、冷間圧延工程で得た冷延鋼板に対し、湿潤水素雰囲気中において、830℃で100秒間の脱炭焼鈍を施した。

続いて、分離剤塗布工程では、脱炭焼鈍板の表面に、表 2 A～表 2 C 及び表 3 A～表 3 C に示される成分を含有する焼鈍分離剤を塗布して乾燥させた。

続いて、仕上焼鈍工程では、焼鈍分離剤が予め塗布された脱炭焼鈍板に対し、仕上焼鈍を施した。

[0071] この仕上焼鈍工程によって仕上焼鈍板を得た後、中間焼鈍を行うことなく、表面処理工程を続けて行った。

表面処理工程では、仕上焼鈍板を3秒～60秒間、処理液に浸漬することにより表面処理して表面処理鋼板を得た。このときに用いた処理液は、硫酸を含有し、合計の酸濃度が3～5体積%であり、液温が70～90℃であった。ただし、試験No. 35については、酸濃度が5体積%、液温が30℃の条件で表面処理工程を行った。

続く張力付与絶縁被膜形成工程では、絶縁被膜薬液塗布工程と焼付工程とを行った。絶縁被膜薬液塗布工程では、表面処理鋼板の表面に、シリカおよびリン酸アルミニウムを、固形分換算で、100質量%含有する絶縁被膜薬液を塗布した。

[0072] 絶縁被膜薬液塗布工程に続く焼付工程では、絶縁被膜薬液が塗布された表面処理鋼板に熱処理を加えることによって、表面処理鋼板の表面上に絶縁被膜（二次被膜3）を形成した。この焼付工程は、表面処理鋼板を加熱して昇温させる昇温過程P1と、昇温過程P1の後に行われる均熱過程P2とを含むものとした。

そして、昇温過程P1では、鋼板平均昇温速度、露点、酸素濃度のそれぞれを、後述の表 2 A～表 2 C 及び表 3 A～表 3 C に示す条件とした。

同様に、均熱過程P2では、焼鈍温度、焼鈍時間、水素濃度、雰囲気露点のそれぞれを、後述の表 2 A～表 2 C 及び表 3 A～表 3 C に示す条件とした

。

[0073] 以上の張力付与絶縁被膜形成工程を経て得られた試験片の被膜密着性、鉄損及び磁束密度を評価した。いずれの例についても、二次被膜の平均膜厚は、 $1.0 \sim 5.0 \mu\text{m}$ であった。

被膜密着性については、具体的には、まず、試験片を、直径が 20mm の円筒に巻き付け、 180° 曲げた時の被膜残存面積率で評価した。円筒に接触した鋼板面積に対する被膜の残存面の面積率を算出した。ロールに接触した鋼板面積は、計算で求めた。残存面の面積は、試験後の鋼板の写真を撮影し、写真画像に対して画像解析を行うことによって求めた。

被膜残存面積率が 90% 以上の場合をVery Good (VG)、 85% 以上 90% 未満の場合をGood (G)、 80% 以上 85% 未満の場合をFair (F)、 80% 未満の場合をPoor (P)と評価した。被膜残存面積率が 80% 以上の場合を、被膜密着性が優れると判断した。

[0074] 続いて、鉄損特性は、試験片を、単板磁気特性試験法 (SST: Single Sheet Tester) に準じて評価した。交流周波数: 50Hz 、励磁磁束密度: 1.7T の条件で、鋼板の単位重量 (1kg) あたりの電力損失として定義される鉄損 $W_{17/50}$ (W/kg) を測定した。

鉄損 $W_{17/50}$ が $0.75\text{W}/\text{kg}$ 未満の場合を鉄損特性に優れると判断した。

磁束密度は、試験片に $800\text{A}/\text{m}$ の磁場を付与して、圧延方向の磁束密度 B_8 (T) を測定した。

[0075] 以上の結果を、表2A～表2Cおよび表3A～表3Cに示す。

[0076]

[表2A]

試験 No.	スラブ No.	母材鋼板	仕上焼鈍工程				
		板厚	焼鈍分離剤				
			MgO	アルミナ	塩化 ビスマス	オキシ 塩化 ビスマス	塩化鉄
			mm	mass%	mass%	mass%	mass%
1	a	0.23	18.5	76.8	0.0	4.7	0.0
2	b	0.23	18.5	77.0	0.0	4.5	0.0
3	c	0.23	18.3	76.9	4.8	0.0	0.0
4	d	0.23	19.2	75.5	5.3	0.0	0.0
5	e	0.23	35.8	54.4	5.2	0.0	4.6
6	f	0.23	36.2	53.7	4.9	0.0	5.2
7	g	0.23	35.7	55.0	9.3	0.0	0.0
8	h	0.23	36.1	53.4	10.5	0.0	0.0
9	i	0.23	46.5	48.0	5.5	0.0	0.0
10	j	0.23	46.5	47.2	6.3	0.0	0.0
11	k	0.23	46.8	47.0	6.2	0.0	0.0
12	l	0.23	47.3	47.0	5.7	0.0	0.0

[0077] [表2B]

試験 No.	スラブ No.	焼付工程(張力付与絶縁皮膜形成工程)						
		昇温過程P1			均熱過程P2			
		鋼板平均 昇温速度 (100 ~600°C)	露点	酸素濃度	焼鈍温度	焼鈍時間	水素濃度	雰囲気 露点
		°C/秒	°C	体積%	°C	秒	体積%	°C
1	a	10	5	20	800	20	1	-18
2	b	10	5	20	800	20	1	-18
3	c	10	5	20	800	20	1	-18
4	d	10	10	20	800	20	1	-18
5	e	15	10	20	810	15	5	15
6	f	15	10	20	810	15	5	15
7	g	15	15	20	810	15	5	15
8	h	15	15	20	810	15	5	15
9	i	18	15	20	815	10	5	18
10	j	18	20	20	815	10	5	18
11	k	18	20	20	815	10	5	18
12	l	18	20	20	815	10	5	18

[0078]

[表2C]

試験 No.	スラブ No.	方向性電磁鋼板			備考
		製品特性			
		被膜 密着性	磁束密度	鉄損	
		—	T	W/kg	
1	a	F	1.94	0.74	発明例
2	b	F	1.94	0.73	発明例
3	c	F	1.96	0.69	発明例
4	d	F	1.96	0.68	発明例
5	e	F	1.97	0.69	発明例
6	f	F	1.97	0.68	発明例
7	g	F	1.96	0.68	発明例
8	h	F	1.98	0.67	発明例
9	i	F	1.98	0.68	発明例
10	j	F	1.95	0.66	発明例
11	k	F	1.96	0.68	発明例
12	l	F	1.96	0.68	発明例

[0079]

[表3A]

試験 No.	スラブ No.	母材銅板		仕上焼鈍工程					
		板厚		焼鈍分離剤					
		mm		MgO	アルミナ	塩化 ビスマス	オキシ 塩化 ビスマス	塩化鉄	
		mass%	mass%	mass%	mass%	mass%	mass%	mass%	
21	d	0.22		18.8	76.9	4.3	0.0	0.0	0.0
22	e	0.22		19.2	75.8	5.0	0.0	0.0	0.0
23	f	0.19		35.9	54.3	0.0	0.0	0.0	9.8
24	g	0.19		40.3	54.8	0.0	0.0	4.9	0.0
25	h	0.17		46.7	47.2	0.0	0.0	6.1	0.0
26	i	0.17		44.3	45.5	0.0	0.0	10.2	0.0
27	a	0.22		18.5	76.6	4.9	0.0	0.0	0.0
28	a	0.22		18.7	76.5	4.8	0.0	0.0	0.0
29	b	0.22		36.1	54.0	0.0	0.0	0.0	9.9
30	b	0.22		40.3	55.0	0.0	0.0	4.7	0.0
31	c	0.22		46.9	47.6	0.0	0.0	5.5	0.0
32	c	0.22		44.9	44.9	0.0	0.0	10.2	0.0
33	d	0.22		19.1	75.6	5.3	0.0	0.0	0.0
34	d	0.22		18.6	76.8	4.6	0.0	0.0	0.0
35	f	0.22		80.5	9.0	0	0	10.5	0

[0080]

[表3B]

試験 No.	スラブ No.	焼付工程(張力付与絶縁皮膜形成工程)						
		昇温過程P1		均熱過程P2				
		鋼板平均 昇温速度 (100 ~600°C) °C/秒	露点 °C	酸素濃度 体積%	焼鈍温度 °C	焼鈍時間 秒	水素濃度 体積%	雰囲気 露点 °C
21	d	10	10	20	800	120	2	9
22	e	10	10	20	950	120	2	9
23	f	20	20	20	840	60	5	28
24	g	20	20	20	960	60	5	28
25	h	50	15	20	850	10	5	36
26	i	380	15	20	880	10	5	36
27	a	5	15	20	800	30	3	38
28	a	450	15	20	800	30	3	38
29	b	30	-5	18	800	30	1	30
30	b	30	32	18	800	50	1	30
31	c	40	15	20	780	50	10	34
32	c	40	15	20	1020	50	10	34
33	d	50	20	20	960	50	1	-30
34	d	50	20	20	960	50	1	45
35	f	100	15	20	850	20	15	34

[0081]

[表3C]

試験 No.	スラブ No.	方向性電磁鋼板			備考
		製品特性		鉄損 W/kg	
		被膜 密着性	磁束密度 T		
21	d	F	1.94	0.63	発明例
22	e	F	1.94	0.64	発明例
23	f	G	1.96	0.59	発明例
24	g	G	1.97	0.59	発明例
25	h	VG	1.98	0.57	発明例
26	i	VG	1.98	0.58	発明例
27	a	P	1.93	0.75	比較例
28	a	P	1.93	0.77	比較例
29	b	P	1.94	0.72	比較例
30	b	P	1.96	0.75	比較例
31	c	P	1.94	0.81	比較例
32	c	P	1.95	0.72	比較例
33	d	P	1.96	0.71	比較例
34	d	P	1.95	0.73	比較例
35	f	F	1.95	0.65	発明例

[0082] まず表2A～表2Cの結果においては、発明例である試験No. 1～12の全てにおいて、昇温過程P1及び均熱過程P2の製造条件を、上記実施形態で説明した範囲内とした。すなわち、昇温過程P1では、100℃～600℃の鋼板温度範囲における鋼板平均昇温速度を、酸素濃度が1体積%～21体積%でかつ露点が0℃～30℃である雰囲気中で、10℃/秒～400℃/秒とした。なおかつ、均熱過程P2では、800℃～1000℃の範囲内における一定の鋼板温度での保持時間を、水素濃度が1～15体積%、雰囲気露点が-20～+40℃の範囲内における一定値の均熱雰囲気中で、5秒～200秒とした。

表2A～表2Cの実施例では、鋼成分を各種変更したが、製造条件が上記範囲を満たすため、比較的良好な被膜密着性が得られた。ただし、昇温過程P1における鋼板平均昇温速度、並びに均熱過程P2における焼鈍温度および焼鈍雰囲気（水素濃度、雰囲気露点）は好ましい範囲を外れたため、評価は「F」とどまった。

一方、鉄損W17/50に関しては、表2A～表2Cに示す通り、試験No. 1～12の全てにおいて0.75W/kg未満となった。

また、表2A～表2Cに示す通り、試験No. 1～12の全てにおいて、磁束密度に大幅な低下は見られなかった。よって、磁束密度を損なうことなく、被膜密着性と鉄損の両方において合格基準を満たす結果となった。

[0083] 続いて、製造条件及び鋼成分の双方を変更した表3A～表3Cの結果においては、製造条件の違いによって結果が分かれた。

まず、発明例である試験No. 21～26、35では、全て、昇温過程P1において、100℃～600℃の鋼板温度範囲における鋼板平均昇温速度を、酸素濃度が1体積%～21体積%でかつ露点が0℃～30℃である雰囲気中で、10℃/秒～400℃/秒の範囲内とした。加えて、この試験No. 21～26、35は、全て、均熱過程P2では、800℃～1000℃の範囲内における一定の鋼板温度での保持時間を、水素濃度が1～15%、雰囲気露点が-20～+40℃の範囲内にある一定値の均熱雰囲気中で、5秒～200秒の範囲内とした。

その結果、これら試験No. 21～26、35の全てにおいて、被膜密着性と鉄損の双方において合格基準を満たす結果となった。特に試験No. 23～26では高い被膜密着性を示し、中でも試験No. 25、26が最も高い被膜密着性を発揮した。

加えて、表3A～表3Cに示す通り、試験No. 21～26の全てにおいて、磁束密度に大幅な低下は見られなかった。よって、磁束密度を損なうことなく、被膜密着性と鉄損の両方において優れていた。

[0084] 一方、比較例である試験No. 27では、昇温過程P1における鋼板平均昇温速度が5℃/秒であり、本発明範囲の下限値である10℃/秒を下回った。その結果、被膜密着性及び鉄損の双方において十分ではなかった。

比較例である試験No. 28では、昇温過程P1における鋼板平均昇温速度が450℃/秒であり、本発明範囲の上限値である400℃/秒を上回った。その結果、被膜密着性及び鉄損の双方において十分ではなかった。

比較例である試験No. 29では、昇温過程P1における露点が-22℃であり、本発明範囲の下限値である-20℃を下回った。その結果、鉄損は

合格基準を満たしたものの、被膜密着性は十分ではなかった。

比較例である試験No. 30では、昇温過程P1における露点が32℃であり、本発明範囲の上限値である30℃を上回った。その結果、被膜密着性及び鉄損の双方において十分ではなかった。

[0085] 比較例である試験No. 31では、均熱過程P2における焼鈍温度が780℃であり、本発明範囲の下限値である800℃を下回った。その結果、被膜密着性及び鉄損の双方において十分ではなかった。

比較例である試験No. 32では、均熱過程P2における焼鈍温度が1020℃であり、本発明範囲の上限値である1000℃を上回った。その結果、鉄損は合格基準を満たしたものの、被膜密着性は十分ではなかった。

比較例である試験No. 33では、均熱過程P2における雰囲気露点が-30℃であり、本発明範囲の下限値である-20℃を下回った。その結果、鉄損は合格基準を満たしたものの、被膜密着性は十分ではなかった。

比較例である試験No. 34では、均熱過程P2における雰囲気露点が+45℃であり、本発明範囲の上限値である+40℃を上回った。その結果、鉄損は合格基準を満たしたものの、被膜密着性は十分ではなかった。

[0086] 以上の結果より、被膜密着性及び鉄損の双方において優れるためには、昇温過程P1及び均熱過程P2双方の条件を適切に制御すべきであることが確認された。具体的には、昇温過程P1では、100℃～600℃の鋼板温度範囲における鋼板平均昇温速度を、酸素濃度が1体積%～21体積%でかつ露点が0℃～30℃である雰囲気中で、10℃/秒～400℃/秒とする必要がある。なおかつ、均熱過程P2では、800℃～1000℃の範囲内における一定の鋼板温度での保持時間を、水素濃度が1～15%、雰囲気露点が-20～+40℃の範囲内における一定値の均熱雰囲気中で、5秒～200秒とする必要がある。

産業上の利用可能性

[0087] 本発明によれば、磁気特性を損なうことなく高い被膜密着性（二次被膜密着性）を有する方向性電磁鋼板を、中間焼鈍を行わずに製造できる。そのた

め、産業上の利用可能性が高い。

符号の説明

- [0088]
- 1 方向性電磁鋼板
 - 2 母材鋼板
 - 3 二次被膜（張力付与絶縁被膜）
 - 4 酸化層
 - P 1 昇温過程
 - P 2 均熱過程

請求の範囲

[請求項1]

化学組成として、質量%で、

C : 0.020%~0.150%、

Si : 3.00%~4.00%、

Mn : 0.01%~0.50%、

S : 0.0010%~0.0400%、

酸可溶性Al : 0.010%~0.050%、

N : 0.002%~0.020%、

Bi : 0.0000%~0.0200%、

P : 0.000%~0.100%、

Sn : 0.00%~0.50%、

Cu : 0.00%~0.50%、

Cr : 0.00%~0.50%、

Sb : 0.00%~0.20%、

Mo : 0.00%~0.10%、

Nb : 0.0000%~0.0200%、

B : 0.0000%~0.0200%、

Te : 0.0000%~0.0200%、

Ni : 0.00%~0.20%、

Se : 0.0000%~0.0200%、

を含み、残部がFe及び不純物であるスラブを、加熱し、熱間圧延を施すことで熱延鋼板を得る熱間圧延工程と、

前記熱延鋼板に熱延板焼鈍を施して熱延板焼鈍板を得た後に前記熱延板焼鈍板を酸洗溶液に浸漬する、熱延板焼鈍工程と、

前記熱延板焼鈍板に冷間圧延を施すことで冷延鋼板を得る冷間圧延工程と、

前記冷延鋼板に脱炭焼鈍を施して脱炭焼鈍板を得る脱炭焼鈍工程と

、

前記脱炭焼鈍板の表面に、 MgO と Al_2O_3 と塩化物とを含有する焼鈍分離剤を塗布する分離剤塗布工程と、

前記焼鈍分離剤を塗布した前記脱炭焼鈍板に仕上焼鈍を施して仕上焼鈍板を得る仕上焼鈍工程と、

前記仕上焼鈍板の表面を酸洗して表面処理鋼板を得る表面処理工程と、

前記表面処理鋼板の表面に、リン酸アルミニウムおよびシリカを合計で80質量%以上含有する絶縁被膜形成液を塗布する絶縁被膜液塗布工程と、前記絶縁被膜形成液が塗布された前記表面処理鋼板に熱処理を行うことによって、前記表面処理鋼板の表面上に張力付与絶縁被膜を形成する焼付工程とからなる張力付与絶縁被膜形成工程と、を有し、

前記焼付工程の前記熱処理は、昇温過程と均熱過程とを有し、

前記昇温過程では、 $100^{\circ}C \sim 600^{\circ}C$ の鋼板温度範囲における鋼板平均昇温速度を、酸素濃度が1体積%~21体積%でかつ露点が $0^{\circ}C \sim 30^{\circ}C$ である雰囲気中で、 $10^{\circ}C/秒 \sim 400^{\circ}C/秒$ とし、

前記均熱過程では、 $800^{\circ}C \sim 1000^{\circ}C$ の範囲内における一定の鋼板温度での保持時間を、水素濃度が1~15体積%、雰囲気露点が $-20 \sim +40^{\circ}C$ の範囲内における一定値の均熱雰囲気中で、5秒~200秒とする、

ことを特徴とする方向性電磁鋼板の製造方法。

[請求項2] 前記焼鈍分離剤において、前記 MgO の含有量が0.0質量%以上79.5質量%以下、前記 Al_2O_3 の含有量が20.0質量%以上99.5質量%以下、残部が前記塩化物である、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] 前記表面処理工程において、前記仕上焼鈍板を、塩酸、硫酸、硝酸、及びリン酸の少なくとも1種を含有してかつ合計の酸濃度が1体積%~20体積%であり、液温が $50^{\circ}C \sim 90^{\circ}C$ である処理液に、3秒

～60秒間浸漬する、

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]

前記スラブが、前記化学組成として、質量%で、

Bi : 0.0000%超、0.0200%以下、

P : 0.000%超、0.100%以下、

Sn : 0.00%超、0.50%以下、

Cu : 0.00%超、0.50%以下、

Cr : 0.00%超、0.50%以下、

Sb : 0.00%超、0.20%以下、

Mo : 0.00%超、0.10%以下、

Nb : 0.0000%超、0.0200%以下、

B : 0.0000%超、0.0200%以下、

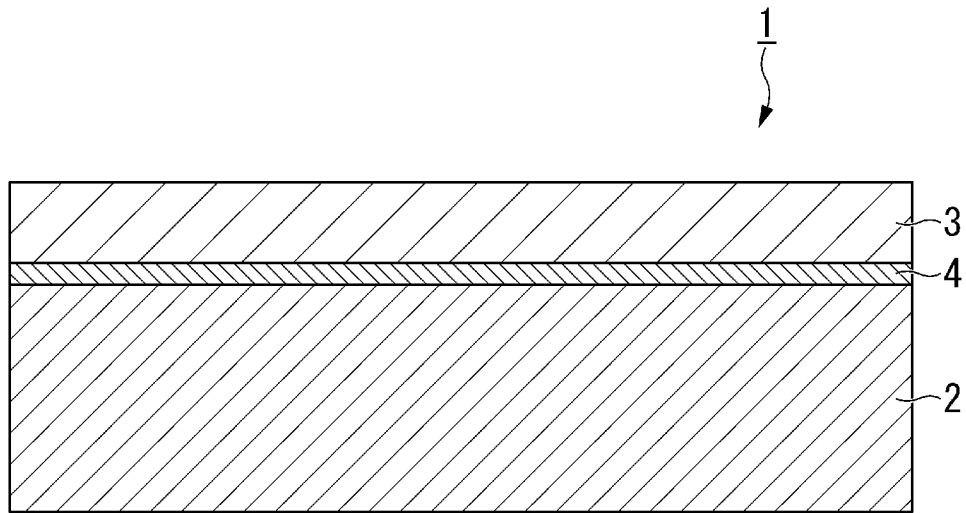
Te : 0.0000%超、0.0200%以下、

Ni : 0.00%超、0.20%以下、及び、

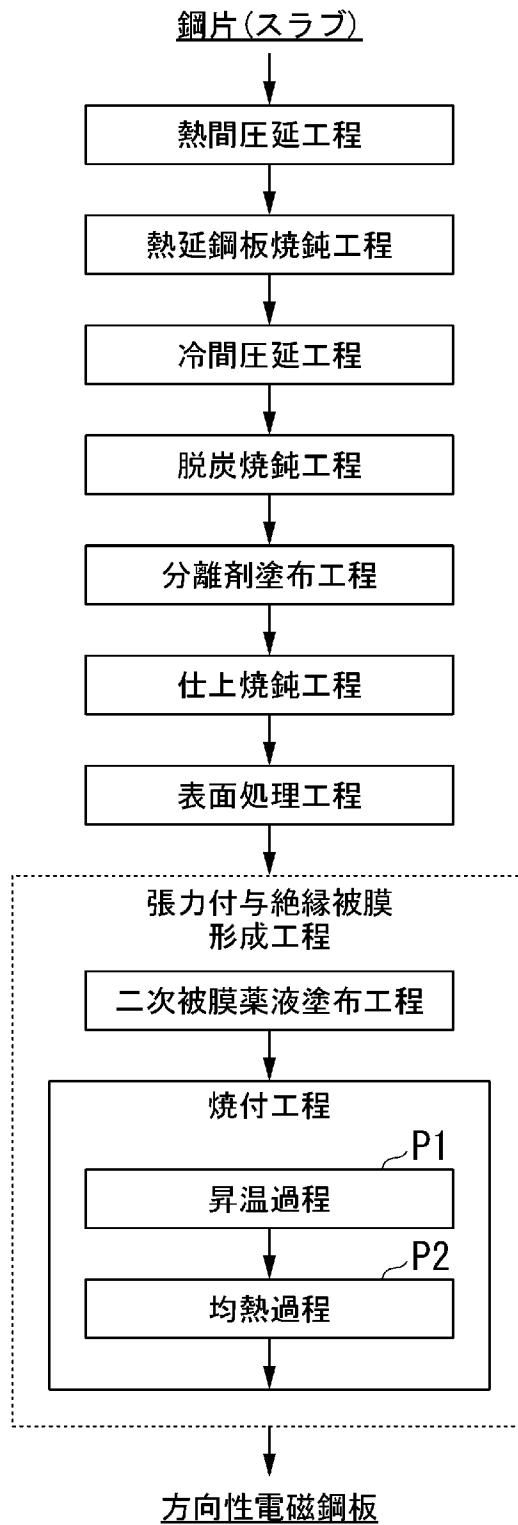
Se : 0.0000%超、0.0200%以下、

からなる群から選択される少なくとも1種を含有す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。

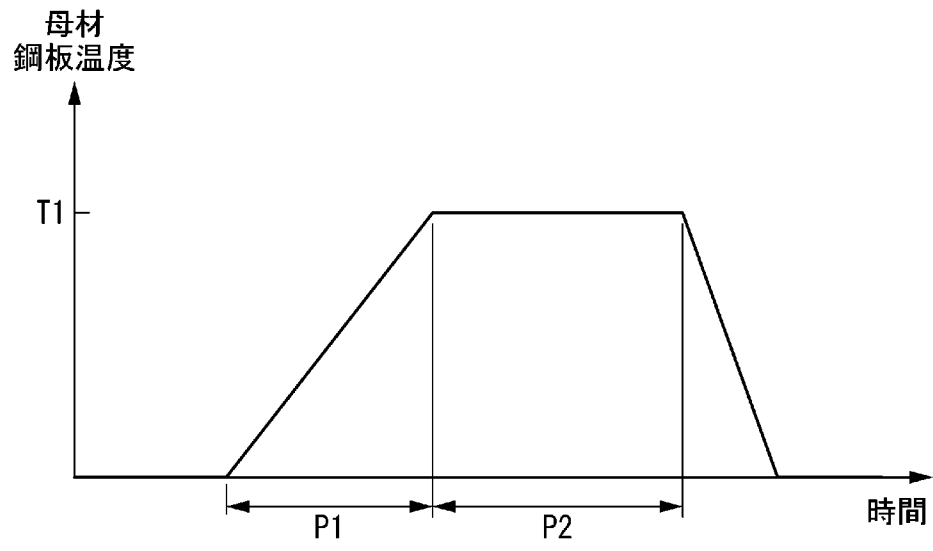
[図1]



[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2024/003318

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>C21D 9/46</i> (2006.01)i; <i>C21D 8/12</i> (2006.01)i; <i>C22C 38/00</i> (2006.01)i; <i>C22C 38/60</i> (2006.01)i; <i>C23C 22/00</i> (2006.01)i; <i>H01F 1/147</i> (2006.01)i FI: C21D9/46 501B; C23C22/00 B; C22C38/00 303U; C22C38/60; H01F1/147 183; C21D8/12 B		
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) C21D9/46; C21D8/12; C22C38/00-C22C38/60; C23C22/00; 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 1971-2024 Registered utility model specifications of Japan 1996-2024 Published registered utility model applications of Japan 1994-2024		
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 2020-111813 A (NIPPON STEEL CORP.) 27 July 2020 (2020-07-27) entire text, all drawings	1-4
A	JP 2020-111809 A (NIPPON STEEL CORP.) 27 July 2020 (2020-07-27) entire text, all drawings	1-4
A	WO 2020/162611 A1 (NIPPON STEEL CORP.) 13 August 2020 (2020-08-13) entire text, all drawings	1-4
A	CN 114686766 A (WUHAN STEEL CO., LTD.) 01 July 2022 (2022-07-01) entire text	1-4
P, A	WO 2023/204269 A1 (NIPPON STEEL CORP.) 26 October 2023 (2023-10-26) entire text, all drawings	1-4
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> 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 “D” document cited by the applicant in the international application “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 03 April 2024		Date of mailing of the international search report 16 April 2024
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/JP2024/003318

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP 2020-111813 A	27 July 2020	(Family: none)	
JP 2020-111809 A	27 July 2020	(Family: none)	
WO 2020/162611 A1	13 August 2020	US 2022/0243315 A1 entire text, all drawings EP 3922754 A1 CN 113396242 A KR 10-2021-0118916 A	
CN 114686766 A	01 July 2022	(Family: none)	
WO 2023/204269 A1	26 October 2023	(Family: none)	

<p>A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））</p> <p>C21D 9/46(2006.01)i; C21D 8/12(2006.01)i; C22C 38/00(2006.01)i; C22C 38/60(2006.01)i; C23C 22/00(2006.01)i; H01F 1/147(2006.01)i FI: C21D9/46 501B; C23C22/00 B; C22C38/00 303U; C22C38/60; H01F1/147 183; C21D8/12 B</p>																																		
<p>B. 調査を行った分野</p> <p>調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））</p> <p>C21D9/46; C21D8/12; C22C38/00-C22C38/60; C23C22/00; H01F1/147</p> <p>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</p> <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922 - 1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971 - 2024年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996 - 2024年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994 - 2024年</td> </tr> </table> <p>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）</p>			日本国実用新案公報	1922 - 1996年	日本国公開実用新案公報	1971 - 2024年	日本国実用新案登録公報	1996 - 2024年	日本国登録実用新案公報	1994 - 2024年																								
日本国実用新案公報	1922 - 1996年																																	
日本国公開実用新案公報	1971 - 2024年																																	
日本国実用新案登録公報	1996 - 2024年																																	
日本国登録実用新案公報	1994 - 2024年																																	
<p>C. 関連すると認められる文献</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>引用文献の カテゴリー*</th> <th>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</th> <th>関連する 請求項の番号</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>A</td> <td>JP 2020-111813 A（日本製鉄株式会社）27.07.2020（2020-07-27） 全文,全図</td> <td>1-4</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>JP 2020-111809 A（日本製鉄株式会社）27.07.2020（2020-07-27） 全文,全図</td> <td>1-4</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>WO 2020/162611 A1（日本製鉄株式会社）13.08.2020（2020-08-13） 全文,全図</td> <td>1-4</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 114686766 A（WUHAN STEEL CO., LTD.）01.07.2022（2022-07-01） 全文</td> <td>1-4</td> </tr> <tr> <td>P, A</td> <td>WO 2023/204269 A1（日本製鉄株式会社）26.10.2023（2023-10-26） 全文,全図</td> <td>1-4</td> </tr> </tbody> </table> <p><input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input checked="" type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。</p> <table border="0"> <tr> <td>* 引用文献のカテゴリー</td> <td>“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</td> </tr> <tr> <td>“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技术水準を示すもの</td> <td>“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</td> </tr> <tr> <td>“D” 国際出願で出願人が先行技術文献として記載した文献</td> <td>“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</td> </tr> <tr> <td>“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</td> <td>“&” 同一パテントファミリー文献</td> </tr> <tr> <td>“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）</td> <td></td> </tr> <tr> <td>“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献</td> <td></td> </tr> <tr> <td>“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</td> <td></td> </tr> </table>			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 2020-111813 A（日本製鉄株式会社）27.07.2020（2020-07-27） 全文,全図	1-4	A	JP 2020-111809 A（日本製鉄株式会社）27.07.2020（2020-07-27） 全文,全図	1-4	A	WO 2020/162611 A1（日本製鉄株式会社）13.08.2020（2020-08-13） 全文,全図	1-4	A	CN 114686766 A（WUHAN STEEL CO., LTD.）01.07.2022（2022-07-01） 全文	1-4	P, A	WO 2023/204269 A1（日本製鉄株式会社）26.10.2023（2023-10-26） 全文,全図	1-4	* 引用文献のカテゴリー	“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	“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技术水準を示すもの	“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	“D” 国際出願で出願人が先行技術文献として記載した文献	“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	“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	“&” 同一パテントファミリー文献	“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	
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 2020-111813 A（日本製鉄株式会社）27.07.2020（2020-07-27） 全文,全図	1-4																																
A	JP 2020-111809 A（日本製鉄株式会社）27.07.2020（2020-07-27） 全文,全図	1-4																																
A	WO 2020/162611 A1（日本製鉄株式会社）13.08.2020（2020-08-13） 全文,全図	1-4																																
A	CN 114686766 A（WUHAN STEEL CO., LTD.）01.07.2022（2022-07-01） 全文	1-4																																
P, A	WO 2023/204269 A1（日本製鉄株式会社）26.10.2023（2023-10-26） 全文,全図	1-4																																
* 引用文献のカテゴリー	“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																																	
“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技术水準を示すもの	“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																																	
“D” 国際出願で出願人が先行技術文献として記載した文献	“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																																	
“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	“&” 同一パテントファミリー文献																																	
“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																																		
<p>国際調査を完了した日</p> <p>03.04.2024</p>	<p>国際調査報告の発送日</p> <p>16.04.2024</p>																																	
<p>名称及びあて先</p> <p>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</p>	<p>権限のある職員（特許庁審査官）</p> <p>鈴木 葉子 4K 3557</p> <p>電話番号 03-3581-1101 内線 3435</p>																																	

国際調査報告
特許ファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2024/003318

引用文献	公表日	特許ファミリー文献	公表日
JP 2020-111813 A	27.07.2020	(ファミリーなし)	
JP 2020-111809 A	27.07.2020	(ファミリーなし)	
WO 2020/162611 A1	13.08.2020	US 2022/0243315 A1 全文, 全図 EP 3922754 A1 CN 113396242 A KR 10-2021-0118916 A	
CN 114686766 A	01.07.2022	(ファミリーなし)	
WO 2023/204269 A1	26.10.2023	(ファミリーなし)	