

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7174053号
(P7174053)

(45)発行日 令和4年11月17日(2022.11.17)

(24)登録日 令和4年11月8日(2022.11.8)

(51)国際特許分類

F I

C 2 2 C	38/00	(2006.01)	C 2 2 C	38/00	3 0 3 U
C 2 2 C	38/14	(2006.01)	C 2 2 C	38/14	
C 2 2 C	38/60	(2006.01)	C 2 2 C	38/60	
C 2 1 D	8/12	(2006.01)	C 2 1 D	8/12	A
H 0 1 F	1/147	(2006.01)	H 0 1 F	1/147	1 8 3

請求項の数 20 (全27頁)

(21)出願番号 特願2020-536037(P2020-536037)
 (86)(22)出願日 平成30年12月17日(2018.12.17)
 (65)公表番号 特表2021-509441(P2021-509441 A)
 (43)公表日 令和3年3月25日(2021.3.25)
 (86)国際出願番号 PCT/KR2018/016041
 (87)国際公開番号 WO2019/132363
 (87)国際公開日 令和1年7月4日(2019.7.4)
 審査請求日 令和2年6月26日(2020.6.26)
 (31)優先権主張番号 10-2017-0179929
 (32)優先日 平成29年12月26日(2017.12.26)
 (33)優先権主張国・地域又は機関 韓国(KR)

(73)特許権者 592000691
 ポスコ
 POSCO
 大韓民国 キョンサンブクド ポハーン
 シ ナムーグ ドンヘアンー口 6 2 6 1
 (コエドンドン)
 (74)代理人 110000051弁理士法人共生国際特許事務所
 (72)発明者 イ, セイル
 大韓民国 キョンサンブクド ポハーン
 シ ナムーグ ドンヘアンー口 6 2 6 1
 (コエドンドン) ポスコ 内
 (72)発明者 イ, サンーウ
 大韓民国 キョンサンブクド ポハーン
 シ ナムーグ ドンヘアンー口 6 2 6 1
 最終頁に続く

(54)【発明の名称】 二方向性電磁鋼板およびその製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

重量%で、S i : 2 . 0 ~ 6 . 0 %、A l : 0 . 0 0 0 5 ~ 0 . 0 4 %、S : 0 . 0 0 0 1 ~ 0 . 0 0 3 %、M n : 0 . 0 2 ~ 1 . 0 %、N : 0 . 0 0 3 %以下(0%を除く)、C : 0 . 0 1 %以下(0%を除く)、T i : 0 . 0 1 0 %以下(0%を含まない)、P : 0 . 0 0 5 ~ 0 . 1 0 %を含み、残部はF eおよびその他不可避な不純物からなり、下記数1を満たし、

電磁鋼板上にフォルステライト層が形成され、前記フォルステライト層は、前記電磁鋼板の表面から2 μm以内の厚さである面積の分率が75%以上であり、

圧延方向と圧延垂直方向のB rが全て1.65 T以上であり、円周方向のB rが1.55 T以上であり、B rは下記数2で計算され、

圧延方向のB hが1.8 T以上であり、圧延垂直方向のB hが1.7 T以上であり、円周方向のB hが1.6 T以上であり、B hは下記数3で計算されることを特徴とする二方向性電磁鋼板。

【数1】

[M n] / [S] ≥ 6 0

(数1中、[M n] および [S] は、それぞれ、M nおよびSの含有量(重量%)を示す。)

【数2】

$$B r = 7 . 8 7 / (7 . 8 7 - 0 . 0 6 5 \times [S i] - 0 . 1 1 0 5 \times [A l]) \times B 8$$

(数2中、[Si]および[Al]は、それぞれ、SiおよびAlの含有量(重量%)を示す。B8は800A/mで誘起された時に誘導される磁場の強度(Tesla)を示す。)

[数3]

$$B_h = 7.87 / (7.87 - 0.065 \times [Si] - 0.1105 \times [Al]) \times B_{25}$$

(数3中、[Si]および[Al]は、それぞれ、SiおよびAlの含有量(重量%)を示す。B25は2500A/mで誘起された時に誘導される磁場の強度(Tesla)を示す。)

【請求項2】

Sb: 0.001~0.1重量%およびSn: 0.001~0.1重量%のうちの1種以上をさらに含む、ことを特徴とする請求項1に記載の二方向性電磁鋼板。

【請求項3】

Mo: 0.01重量%以下、Bi: 0.01重量%以下、Pb: 0.01重量%以下、Mg: 0.01重量%以下、As: 0.01重量%以下、Be: 0.01重量%以下、およびSr: 0.01重量%以下のうちの1種以上をさらに含む、ことを特徴とする請求項1または請求項2に記載の二方向性電磁鋼板。

【請求項4】

{100}<001>から15°以内の方位を有する結晶粒の面積分率が60~99%である、ことを特徴とする請求項1~請求項3のいずれか一項に記載の二方向性電磁鋼板。

【請求項5】

前記フォスフェイト層上に絶縁層が形成され、上面絶縁層の厚さおよび下面絶縁層の厚さがそれぞれ0.2~8μmであり、

前記上面絶縁層の厚さおよび前記下面絶縁層の厚さの差が前記下面絶縁層の厚さの50%以下である、ことを特徴とする請求項1に記載の二方向性電磁鋼板。

【請求項6】

前記上面絶縁層の平均粗さ(Ra)と前記下面絶縁層の平均粗さ(Ra)がそれぞれ1.0μm以下であり、

前記上面絶縁層の平均粗さ(Ra)と前記下面絶縁層の平均粗さ(Ra)の差が0.3μm以下である、ことを特徴とする請求項5に記載の二方向性電磁鋼板。

【請求項7】

1.5Tの磁場がかかる時、測定周波数が0.01Hz以下での透磁率UDCが50Hzでの透磁率U50の1.2倍以上である、ことを特徴とする請求項1~請求項6のいずれか一項に記載の二方向性電磁鋼板。

【請求項8】

前記電磁鋼板を750℃~880℃の温度で1~2時間焼鈍後に測定されたBr値が1.65T以上であり、Brは下記数2で計算される、ことを特徴とする請求項1~請求項7のいずれか一項に記載の二方向性電磁鋼板。

[数2]

$$B_r = 7.87 / (7.87 - 0.065 \times [Si] - 0.1105 \times [Al]) \times B_8$$

(数2中、[Si]および[Al]は、それぞれ、SiおよびAlの含有量(重量%)を示す。B8は800A/mで誘起された時に誘導される磁場の強度(Tesla)を示す。)

【請求項9】

二方向性電磁鋼板の製造方法であって、

重量%で、Si: 2.0~6.0%、Al: 0.0005~0.04%、S: 0.0001~0.003%、Mn: 0.02~1.0%、N: 0.001~0.01%、C: 0.02~0.06%、Ti: 0.010%以下(0%を含まない)、P: 0.005~0.10%を含み、残部はFeおよびその他不可避な不純物からなり、下記数1を満たすスラブを製造する段階、

10

20

30

40

50

前記スラブを加熱する段階、
 前記スラブを熱間圧延して熱延板を製造する段階、
 前記熱延板を冷間圧延して冷延板を製造する段階、
 前記冷延板を1次再結晶焼鈍する段階、および
 前記1次再結晶焼鈍された冷延板を2次再結晶焼鈍する段階を含み、
 前記冷延板を製造する段階で、圧下率が50～70%であり、
製造された二方向性電磁鋼板は、圧延方向と圧延垂直方向のBrが全て1.65T以上
であり、円周方向のBrが1.55T以上であり、Brは下記数2で計算され、
圧延方向のBhが1.8T以上であり、圧延垂直方向のBhが1.7T以上であり、円
周方向のBhが1.6T以上であり、Bhは下記数3で計算されることを特徴とする二方
向性電磁鋼板の製造方法。

10

[数1]

$$[Mn] / [S] \geq 60$$

(数1中、[Mn] および [S] は、それぞれ、スラブ内のMnおよびSの含有量(重量%)を示す。)

[数2]

$$Br = 7.87 / (7.87 - 0.065 \times [Si] - 0.1105 \times [Al]) \times B8$$

(数2中、[Si] および [Al] は、それぞれ、SiおよびAlの含有量(重量%)を示す。B8は800A/mで誘起された時に誘導される磁場の強度(Tesla)を示す。)

20

[数3]

$$Bh = 7.87 / (7.87 - 0.065 \times [Si] - 0.1105 \times [Al]) \times B25$$

(数3中、[Si] および [Al] は、それぞれ、SiおよびAlの含有量(重量%)を示す。B25は2500A/mで誘起された時に誘導される磁場の強度(Tesla)を示す。)

【請求項10】

前記スラブは、下記数4を満たす、ことを特徴とする請求項9に記載の二方向性電磁鋼板の製造方法。

[数4]

$$[C] / [Si] \geq 0.0067$$

(数4中、[C] および [Si] は、それぞれ、スラブ内のCおよびSiの含有量(重量%)を示す。)

30

【請求項11】

前記1次再結晶焼鈍する段階で、窒化量が0.01～0.023重量%である、ことを特徴とする請求項9または請求項10に記載の二方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項12】

前記1次再結晶焼鈍する段階後、1次再結晶焼鈍された鋼板の平均結晶粒径が32～5μmである、ことを特徴とする請求項11に記載の二方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項13】

前記熱延板を製造する段階後、前記熱延板を焼鈍する段階をさらに含み、前記熱延板を焼鈍する段階の温度(T2)およびスラブを加熱する段階の温度(T1)が下記数5を満たす、ことを特徴とする請求項9～請求項12のいずれか一項に記載の二方向性電磁鋼板の製造方法。

40

[数5]

$$-200 \leq T1 - T2 \leq 30$$

【請求項14】

前記スラブを加熱する段階で、1100℃以上の時間が25～50分である、ことを特徴とする請求項13に記載の二方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項15】

50

前記熱延板を焼鈍する段階で、 1100°C 以上の時間が $5\sim 50$ 秒である、ことを特徴とする請求項13に記載の二方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項16】

前記熱延板を焼鈍する段階後、前記熱延板の平均結晶粒径が $100\sim 200\mu\text{m}$ である、ことを特徴とする請求項15に記載の二方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項17】

前記熱延板を焼鈍する段階後、前記熱延板の 1mm^2 面積で、粒径が $0.1\mu\text{m}$ 以上である析出物の数が $100\sim 4000$ 個であり、

粒径が $0.5\mu\text{m}$ 超過である析出物の数(B)に対する、粒径が $0.1\sim 0.5\mu\text{m}$ である析出物の数(A)の比率(A/B)が1以上である、ことを特徴とする請求項16に記載の二方向性電磁鋼板の製造方法。

10

【請求項18】

前記熱延板を製造する段階後、前記熱延板を焼鈍する段階をさらに含み、

前記スラブを加熱する段階後、前記熱延板を製造する段階までの時間が $3\sim 20$ 分であり、前記スラブを加熱する段階から前記熱延板を製造する段階までの最大温度が前記熱延板を焼鈍する段階の焼鈍温度の 20°C 以下である、ことを特徴とする請求項9～請求項17のいずれか一項に記載の二方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項19】

前記熱延板を製造する段階で、2以上のパスを含み、最終パスおよび最終パス以前のパスでの圧下率がそれぞれ $15\sim 40\%$ であり、前記最終パスおよび最終パス以前のパスでの圧下率の合計が 55% 以下である、ことを特徴とする請求項17または請求項18に記載の二方向性電磁鋼板の製造方法。

20

【請求項20】

前記1次再結晶焼鈍する段階後、 MgO を含む焼鈍分離剤を塗布する段階をさらに含む、ことを特徴とする請求項9～請求項19のいずれか一項に記載の二方向性電磁鋼板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

二方向性電磁鋼板およびその製造方法に係り、より詳しくは、合金組成内でMnおよびSの比率を適切に制御して、圧延方向および圧延垂直方向の磁性が非常に優れた二方向性電磁鋼板およびその製造方法に関する。

30

【背景技術】

【0002】

電磁鋼板の磁束密度を向上させるためには、鋼の集合組織を向上させて磁化方向に $<100>$ 軸を平行に整列させる方法が最も効果的であると知られており、追加的に鋼の合金量を減らしてFe原子が鋼中に占める分率を向上させることで、飽和磁束を純鉄に近くすることによって、磁束密度を向上させる方法が使用される。このうち、方向性電磁鋼板の場合、Goss方位と呼ぶ $\{110\}<001>$ 方位を利用するもので、通常スラブー熱延ー熱延板焼鈍ー冷延ー1次再結晶中の脱炭ー窒化ー2次高温焼鈍過程を通じて得ることができる。しかし、これは圧延方向(Rd方向)にのみ磁性に優れ、圧延垂直方向(TD方向)では磁性が極めて劣位となり、磁化の方向が圧延方向に決められている変圧機以外には使用が困難である。そのため、これとは異なる集合組織で磁化方向と $<100>$ 軸が平行な集合組織を制御した電磁鋼板の製造が要求される。

40

【0003】

回転機器での磁化方向は、通常板面内で回転するため、 $<100>$ 軸は板面に平行でなければならないが、そのような条件下での方位中の鉄鋼材料でよく観察される方位は $\{100\}<011>$ 方位である。これは圧延方向から 45 度圧延垂直方向(TD方向)に歪んだ方向に $<100>$ 軸が平行になっているため、磁化方向が板の圧延方向から 45 度である時に最も磁性に優れた特徴がある。しかし、この方位は冷間圧延安定方位で、再結晶焼

50

鈍時には全てなくなる特徴があり、電磁鋼板素材で活用されていない。

【0004】

これと類似するように {100} <001>方位があるが、これはCube on face方位にして過去から有用性が認められてきたが、交差圧延をしたり真空焼鈍するなど、実際の大規模の工業生産が不可能な器具を通じて製造する方法のみが知られている。

【0005】

特に交差圧延法は、素材の連続生産が不可能なことから活用され得ないが、大型発電機器の場合、数mの直径の円筒形態のコアを製造しなければならないため、板面でコアを数個～数十個に分割してこれを組み立てる形態に作るようになる工程に適用することができず、生産性も極めて低くなる。

【0006】

発電機の場合、一般のタービン発電機は、各国の商用電気周波数である50Hz、あるいは60Hzに合わせて電気を生産するため、50Hzおよび60Hzでの磁気的性質が重要であるが、風力発電機など回転速度が遅い発電機ではこのようなDCおよび30Hz以下の磁気的特性が重要である。

【0007】

したがって、前記の機器では交流磁気で発生する鉄損よりも、磁化の程度を示す磁束密度特性がより重要な特性であるが、一般にB8磁束密度でこれを評価する。B8磁束密度は、磁場の強度が800A/mでの鋼板の磁束密度値を意味するが、これは主に50Hzの交流磁気で測定し、場合によっては直流で測定したり、50Hz以下の周波数で測定したりもする。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

二方向性電磁鋼板およびその製造方法を提供する。具体的に合金組成内でMnおよびSの比率を適切に制御して、圧延方向および圧延垂直方向の磁性が非常に優れた二方向性電磁鋼板およびその製造方法を提供する。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明の一実施例による二方向性電磁鋼板は、重量%で、Si:2.0~6.0%、Al:0.0005~0.04%、S:0.0001~0.003%、Mn:0.02~1.0%、N:0.003%以下(0%を除く)、C:0.01%以下(0%を除く)、Ti:0.01%以下(0%を含まない)、P:0.005~0.10%を含み、残部はFeおよびその他不可避な不純物からなり、下記数1を満たす。

【数1】

$[Mn] / [S] \geq 60$

(数1中、[Mn] および [S] は、それぞれ、Mn および S の含有量 (重量%) を示す。)

【0010】

Sb:0.001~0.1重量%およびSn:0.001~0.1重量%のうちの1種以上をさらに含むことができる。

Mo:0.01重量%以下、Bi:0.01重量%以下、Pb:0.01重量%以下、Mg:0.01重量%以下、As:0.01重量%以下、Be:0.01重量%以下、およびSr:0.01重量%以下のうちの1種以上をさらに含むことができる。

【0011】

{100} <001> から15°以内の方位を有する結晶粒の面積分率が60~99%であってもよい。

【0012】

前記電磁鋼板上にフォルステライト層が形成され、前記フォルステライト層は、前記電磁鋼板表面から2μm以内の厚さである面積の分率が75%以上であってもよい。

10

20

30

40

50

【0013】

前記フォルステライト層上に絶縁層が形成され、上面絶縁層の厚さおよび下面絶縁層の厚さがそれぞれ0.2～8 μmであり、前記上面絶縁層の厚さおよび前記下面絶縁層の厚さの差が前記下面絶縁層の厚さの50%以下であってもよい。

【0014】

上面絶縁層の平均粗さ(Ra)と前記下面絶縁層の平均粗さ(Ra)がそれぞれ1 μm以下であり、前記上面絶縁層の平均粗さ(Ra)と前記下面絶縁層の平均粗さ(Ra)の差が0.3 μm以下であってもよい。

【0015】

圧延方向と圧延垂直方向のBrが全て1.65 T以上であり、円周方向のBrが1.55 T以上であり、Brは下記数2で計算される。

【数2】

$$Br = 7.87 / (7.87 - 0.0065 \times [Si] - 0.1105 \times [Al]) \times B8$$

(数2中、[Si]および[Al]は、それぞれ、SiおよびAlの含有量(重量%)を示す。B8は800 A/mで誘起した時に誘導される磁場の強度(Tesla)を示す。)

【0016】

1.5 Tの磁場がかかる時、測定周波数が0.01 Hz以下での透磁率UDCが50 Hzでの透磁率U50の1.2倍以上であってもよい。

【0017】

電磁鋼板を750℃～880℃の温度で1～2時間焼鈍後に測定されたBr値が1.65 T以上であってもよい。Brは下記数2で計算される。

【数2】

$$Br = 7.87 / (7.87 - 0.0065 \times [Si] - 0.1105 \times [Al]) \times B8$$

(数2中、[Si]および[Al]は、それぞれ、SiおよびAlの含有量(重量%)を示す。B8は800 A/mで誘起した時に誘導される磁場の強度(Tesla)を示す。)

【0018】

圧延方向のBhが1.8 T以上であり、圧延垂直方向のBhが1.7 T以上であり、円周方向のBhが1.6 T以上であり、Bhは下記数3で計算される。

【数3】

$$Bh = 7.87 / (7.87 - 0.0065 \times [Si] - 0.1105 \times [Al]) \times B25$$

(数3中、[Si]および[Al]は、それぞれ、SiおよびAlの含有量(重量%)を示す。B25は2500 A/mで誘起した時に誘導される磁場の強度(Tesla)を示す。)

【0019】

本発明の一実施例による二方向性電磁鋼板の製造方法は、重量%で、Si:2.0～6.0%、Al:0.0005～0.04%、S:0.0001～0.003%、Mn:0.02～1.0%、N:0.001～0.01%、C:0.02～0.06%、Ti:0.01%以下(0%を含まない)、P:0.005～0.10%を含み、残部はFeおよびその他不可避な不純物からなり、下記数1を満たすスラブを製造する段階、スラブを加熱する段階、スラブを熱間圧延して熱延板を製造する段階、熱延板を冷間圧延して冷延板を製造する段階、冷延板を1次再結晶焼鈍する段階および1次再結晶焼鈍された冷延板を2次再結晶焼鈍する段階、を含む。

【数1】

$$[Mn] / [S] \geq 60$$

(数1中、[Mn]および[S]は、それぞれ、MnおよびSの含有量(重量%)を示す。)

スラブは、下記数4を満たすことができる。

10

20

30

40

50

【数 4】

$[C] / [Si] \geq 0.0067$

(数 4 中、 $[C]$ および $[Si]$ は、それぞれ、スラブ内の C および Si の含有量 (重量 %) を示す。)

【0020】

前記スラブを加熱する段階で、 1100°C 以上の時間が $25 \sim 50$ 分であってもよい。

【0021】

前記熱延板を製造する段階で、2 以上のパスを含み、最終パスおよび最終パス以前のパスでの圧下率がそれぞれ $15 \sim 40\%$ であり、前記最終パスおよび前記最終パス以前のパスでの圧下率の合計が 55% 以下であってもよい。

【0022】

前記熱延板を製造する段階後、前記熱延板を焼鈍する段階をさらに含み、熱延板を焼鈍する段階で、 1100°C 以上の時間が $5 \sim 50$ 秒であってもよい。

【0023】

前記熱延板を焼鈍する段階後、前記熱延板の平均結晶粒径が $100 \sim 200 \mu\text{m}$ であってもよい。

【0024】

前記熱延板を焼鈍する段階後、前記熱延板の 1mm^2 面積で、粒径が $0.1 \mu\text{m}$ 以上である析出物の数が $100 \sim 4000$ 個であり、粒径である $0.5 \mu\text{m}$ 超過である析出物の数 (B) に対する、粒径が $0.1 \sim 0.5 \mu\text{m}$ である析出物の数 (A) の比率 (A/B) が 1 以上であってもよい。

【0025】

熱延板を焼鈍する段階の温度 (T_2) およびスラブを加熱する段階の温度 (T_1) が下記数 5 を満たすことができる。

【数 5】

$-200 \leq T_1 - T_2 \leq 30$

【0026】

前記スラブを加熱する段階後、前記熱延板を製造する段階までの時間が $3 \sim 20$ 分であり、前記スラブ加熱する段階から前記熱延板を製造する段階までの最大温度が前記熱延板焼鈍する段階の焼鈍温度の 20°C 以下であってもよい。

【0027】

前記冷延板を製造する段階で、圧下率が $50 \sim 70\%$ であってもよい。

前記 1 次再結晶焼鈍する段階で、窒化量が $0.01 \sim 0.023$ 重量 % であってもよい。

【0028】

前記 1 次再結晶焼鈍する段階後、前記 1 次再結晶焼鈍された鋼板の平均結晶粒径が $32 \sim 50 \mu\text{m}$ であってもよい。

【0029】

前記 1 次再結晶焼鈍する段階後、 MgO を含む焼鈍分離剤を塗布する段階をさらに含むことができる。

【発明の効果】

【0030】

本発明の一実施例による二方向性電磁鋼板は、合金組成内で Mn および S の比率を適切に制御して、圧延方向および圧延垂直方向の磁性が非常に優れている。

特に、風力発電機など回転速度が遅い発電機に有用に使用することができる。

【発明を実施するための形態】

【0031】

第 1、第 2 および第 3 などの用語を、多様な部分、成分、領域、層および／またはセクションを説明するために使用するが、これらに限定されない。これらの用語は、ある部分、成分、領域、層またはセクションを他の部分、成分、領域、層またはセクションと区別するためだけに使用する。したがって、以下で記述する第 1 部分、成分、領域、層またはセ

10

20

30

40

50

クションは、本発明の範囲を逸脱しない範囲内で第2部分、成分、領域、層またはセクションとして言及され得る。

【0032】

ここで使用する専門用語は、単に特定の実施例を言及するためのものであり、本発明を限定することを意図しない。ここで使用する単数の形態は、文言がこれと明確に反対の意味を示さない限り、複数の形態も含む。明細書で使用される「含む」の意味は、特定の特性、領域、整数、段階、動作、要素および／または成分を具体化し、他の特性、領域、整数、段階、動作、要素および／または成分の存在や付加を除外させるものではない。

【0033】

ある部分が他の部分の「上に」あると言及する場合、これは他の部分の直上または上にあるか、またはその間に他の部分が介され得る。対照的に、ある部分が他の部分の「直上に」あると言及する場合、その間に他の部分が介されない。

【0034】

特に定義していないが、ここで使用する技術用語および科学用語を含む全ての用語は、本発明が属する技術分野における通常の知識を有する者が一般に理解する意味と同一の意味を有する。通常使用される辞書に定義された用語は、関連技術文献と現在開示する内容に符合する意味を有するものに追加解釈され、定義しない限り、理想的または非常に公式的な意味に解釈されない。

【0035】

また、特に言及しない限り、％は重量％を意味し、1 ppmは0.0001重量％である。

【0036】

本発明の一実施例で追加元素をさらに含むことの意味は、追加元素の追加量の分、残部である鉄(Fe)を代替して含むことを意味する。

【0037】

以下、本発明の実施例について本発明が属する技術分野における通常の知識を有する者が容易に実施することができるように詳細に説明する。しかし、本発明は多様な異なる形態に実現することができ、ここで説明する実施例に限定されない。

【0038】

本発明の一実施例による二方向性電磁鋼板は、重量％で、Si: 2.0~6.0％、Al: 0.0005~0.04％、S: 0.0001~0.003％、Mn: 0.02~1.0％、N: 0.003％以下(0％を除く)、C: 0.01％以下(0％を除く)、Ti: 0.01％以下(0％を含まない)、P: 0.005~0.10％を含む。

【0039】

まず、二方向性電磁鋼板の成分限定の理由から説明する。

Si: 2.0~6.0重量％

シリコン(Si)は、熱間圧延ではオーステナイトを形成する元素であり、スラブ加熱温度付近と熱延板焼鈍温度付近で10％内外のオーステナイト分率を有するようにするために添加量を制限する必要がある。また2次再結晶焼鈍ではフェライト単相であってこそ焼鈍時に2次再結晶微細組織の形成が円滑に起こり得るため、フェライト単相になる成分に制限する必要がある。純鉄では2.0重量％以上添加時にフェライト単相が形成され、そこで、Cの添加を通じてオーステナイト分率を調節することができるため、Si含有量の下限を2.0重量％に限定することができる。また6重量％超過時、冷間圧延が不可能であるため、これを制限する。より具体的にSiは2.2~3.1重量％含まれてもよい。より具体的に、磁束密度が高い鋼板を得るためにはSiは2.4~2.9重量％含まれてもよい。

【0040】

Al: 0.0005~0.04重量％

アルミニウム(Al)は、AlNを形成して2次再結晶のインヒビタとして使用される。本発明の一実施例では通常の方法性電磁鋼板の窒化工程以外のインヒビタ使用時にもCube集合組織を得ることができるため、Alの添加量は通常の方法性電磁鋼板より広い範

10

20

30

40

50

囲に制御されてもよい。ただし、0.0005重量%未満添加時には鋼中の酸化物が大きく増加して磁性を劣位になるようにし、また2次再結晶温度を変化させてCube方位の形成を妨害するため、その下限を0.0005重量%とする。0.04重量%を超えれば2次再結晶温度が大きく増加して工業的生産が難しい。より具体的にAlは0.001～0.003重量%含まれてもよい。

【0041】

S：0.0001～0.003重量%

硫黄（S）は、鋼中CuやMnと結合してMnSを微細に形成し、微細に形成された析出物は2次再結晶を助けるため、その添加量を0.0001～0.003重量%とすることができる。過量で添加時にはSの偏析により表面欠陥および2次再結晶時の集合組織の制御がなされないため、0.003重量%に制限する。

【0042】

Mn：0.02～1.0重量%

マンガン（Mn）は、不可避に溶鋼に存在するものであるが、少量が入れば析出物として使用され得、FeSの形成後にMnSに変化する元素で鋼中添加することができる。ただし、1.0%を超えて添加時には高温焼鈍中Mnによる表面欠陥が問題になるため、その限界を1.0%とする。0.02重量%未満含まれれば、磁性が劣位になるため、その下限を0.02重量%とする。より具体的にMnは0.05～0.5重量%含まれてもよい。

【0043】

Mn／S重量比：60以上

Mn／Sは、熱間圧延時の熱延脆性を防止するために使用される数値で、方向性電磁鋼板では10～20が適当であると知られている。本発明ではSによるGoss成長を抑制するために十分に高いMn／S重量比を維持することが必要である。Mn／S重量比を制御することによってMnとSの結合により形成される析出物の形成温度と大きさ、分布を制御することができ、Mn／S重量比を調節して2次再結晶時にCube集合組織の強化および圧延方向と圧延垂直方向の磁束密度向上を誘導することができる。したがって、Mn／S重量比を60以上に制御することができる。より具体的にMn／S重量比を130～1000に制御することができる。

【0044】

N：0.003重量%以下

窒素（N）は、AlNを形成する元素でAlNをインヒビタとして用いるため、適切な含有量を確保する必要がある。Nを過度に少なく含む時、冷間圧延時に組織不均一変形度を十分に増加させて1次再結晶時にCubeの成長を促進し、Gossの成長を抑制できなくなる。Nを過量で含む時、熱延後の工程で窒素拡散によるプリスター（blister）のような表面欠陥を誘発するようになるだけでなく、スラブ状態で過剰の硝酸塩が形成され、圧延が容易でないため、製造単価が上昇する原因になる。より具体的にNは0.001～0.003重量%含むことができる。

【0045】

スラブ内でNは0.001～0.1重量%含まれてもよい。本発明の一実施例で1次再結晶焼鈍時、窒化する過程が含まれ、2次再結晶焼鈍時に一部Nが除去されるため、スラブと最終製造された電磁鋼板のN含有量は異なってもよい。

【0046】

C：0.01重量%以下

炭素（C）は、2次再結晶焼鈍後にも多量含まれれば、磁気時効を起こして鉄損が大きく増加するため、上限は0.01重量%とする。より具体的には0.005重量%以下に調節する。より具体的にCを0.0001～0.005重量%含むことができる。

【0047】

スラブ内でCは、0.02～0.06重量%含まれてもよい。これを通じて、熱延板内の応力集中とゴス（Goss）形成を抑制することができ、析出物を微細化することができる。またCは、冷間圧延時に組織不均一変形度を増加させて1次再結晶時にキューブ（C

10

20

30

40

50

u b e) の成長を促進し、G o s s の成長を抑制することができる。ただし、過量で添加されれば熱延板内の応力集中は解消することができるが、G o s s 形成を抑制することができず、析出物の微細化も難しい。冷間圧延時にも冷間圧延性を大きく劣位になるようにするため、その添加量は限界を有する。本発明の一実施例で1次再結晶焼鈍時、脱炭する過程が含まれるため、スラブと最終製造された電磁鋼板のC含有量は異なってもよい。

【0048】

T i : 0.01重量%以下、

チタニウム (T i) は、T i S i C N などの複合析出物を形成したり酸化物を形成する元素として、0.01重量%以下添加することが好ましい。また高温で安定した析出物と酸化物は2次再結晶に妨害となるため、その添加量を0.01重量%以下にする必要がある。ただし、完全に除去することは通常の製鋼工程では極めて難しい。より具体的にT i を0.005重量%以下含むことができる。

10

【0049】

P : 0.005~0.10重量%

リン (P) は、鋼の比抵抗を向上させ、2次再結晶時にC u b e の分率を向上させる役割を果たし、冷間圧延時に不均一変形量も増加させるため、少なくとも0.005重量%以上は添加することが好ましい。ただし、0.10重量%を超えて添加時に冷間圧延性が極めて脆弱になるため、その添加量を制限する。より具体的にPが0.01~0.08重量%含まれてもよい。

S b : 0.001~0.1重量%およびS n : 0.001~0.1重量%のうちの1種以上をさらに含むことができる。

20

【0050】

S n およびS b : 0.001%~0.1%

錫 (S n) とアンチモン (S b) は、1次再結晶集合組織制御のために添加することが可能な元素である。また0.001重量%以上添加すれば酸化層の形成厚さを変化させて圧延垂直方向と圧延方向の磁性差を減らす元素であるが、0.1重量%を超えて添加時には冷間圧延時にロールでのスリップが大きく増加するため、これを制限する。

【0051】

M o : 0.01重量%以下、B i : 0.01重量%以下、P b : 0.01重量%以下、M g : 0.01重量%以下、A s : 0.01重量%以下、B e : 0.01重量%以下、およびS r : 0.01重量%以下のうちの1種以上をさらに含むことができる。

30

【0052】

モリブデン (M o) は、粒界に偏析元素として追加添加時に電磁鋼板でのS i による粒界脆化を抑制する効果がある反面、C と結合してM o 炭化物などの析出物を形成して磁性に悪影響を与えるため、0.01重量%以下に制限する必要がある。

【0053】

ビスマス (B i) 、鉛 (P b) 、マグネシウム (M g) 、砒素 (A s) 、ベリリウム (B e) およびストロンチウム (S r) は、鋼中に酸化物、窒化物、炭化物が微細に形成される元素で2次再結晶を助ける元素であり、追加添加することができる。ただし、0.01重量%を超えて添加時には2次再結晶形成が不安定になる問題を引き起こすため、その添加量を制限する必要がある。

40

【0054】

また、本発明の二方向性電磁鋼板は、前述した成分以外の残部は、F e および不可避免的不純物である。ただし、本発明の作用効果を阻害しない範囲内であれば、他の元素の含有を排除するのではない。

【0055】

このように本発明の一実施例による二方向性電磁鋼板は、合金組成を精密に制御して、キューブ集合組織を多数形成させる。具体的に {100} <001> から15°以内の方位を有する結晶粒の面積分率が60~99%であってもよい。この時、99%を超えることは、2次再結晶中に不可避に形成されるI s l a n d g r a i n の形成を抑制し、また

50

、析出物を完全に除去することを意味するが、このためには、高温での焼鈍時間が大きく増加するため、これを60～99%に限定する。

【0056】

本発明の一実施例で鋼板上にフォスフェイト層が形成され、フォスフェイト層は、鋼板表面から2μm以内の厚さである面積の分率が75%以上であってもよい。方向性電磁鋼板は、圧延方向に張力を付与するためにフォスフェイト(Mg₂SiO₄)を含む酸化層を表面から2～3μm厚さに形成し、これと母材の熱膨張係数差を利用して張力を付与する。しかし、本発明の一実施例の場合、圧延方向への張力は直ちに圧延垂直方向への圧縮を意味するため、これを極めて減らすことが好ましい。2.0μm以内の薄い酸化層は張力付与効果が極めて落ちるため、このような薄い酸化層を表面積の75面積%以上分布させることによって板全体にかかる張力を除去することができる。

10

【0057】

フォスフェイト層上に絶縁層が形成され、上面絶縁層の厚さおよび下面絶縁層の厚さがそれぞれ0.2～8μmであり、上面絶縁層の厚さおよび下面絶縁層の厚さ差が前記下面絶縁層の厚さの50%以下であってもよい。フォスフェイト層は、鋼板の両面(上面および下面)に形成されてもよく、その上面および下面に形成されたフォスフェイト層上に絶縁層が形成されてもよい。上面に形成された絶縁層を上面絶縁層、下面に形成された絶縁層を下面絶縁層という。上面および下面の絶縁層により適切な絶縁性を確保することができ、発電機などに活用するための打抜性を確保することができる。特に、上面絶縁層と下面絶縁層の厚さ差を制御して、打抜時にバリ(bur)を抑制することができる。

20

【0058】

上面絶縁層の平均粗さ(Ra)と前記下面絶縁層の平均粗さ(Ra)がそれぞれ1μm以下であり、上面絶縁層の平均粗さ(Ra)と前記下面絶縁層の平均粗さ(Ra)の差が0.3μm以下であってもよい。粗さが高い材料は打抜時にburを抑制することができず、特に上面と下面の粗さ差が過度に大きい場合、burを抑制することができない。

【0059】

本発明の一実施例による二方向性電磁鋼板は、圧延方向と圧延垂直方向の磁性が全て優れている。具体的に圧延方向と圧延垂直方向のBrが全て1.65T以上であり、円周方向のBrが1.55T以上であり、Brは下記数2で計算される。

[数2]

$$Br = 7.87 / (7.87 - 0.0065 \times [Si] - 0.1105 \times [Al]) \times B8$$

30

(数2中、[Si]および[Al]は、それぞれ、SiおよびAlの含有量(重量%)を示す。B8は800A/mで誘起した時に誘導される磁場の強度(Tesla)を示す。)

【0060】

大型発電機の場合、環状フレームの直径が数メートルであり、T字型の歯(Teeth)で電磁鋼板を切断して環状フレームを形成する。この時、T字型のTeeth部位を圧延垂直方向にし、環状のフレームに圧延方向を置いたり、反対にT字型のTeeth部位を圧延方向に置き、環状のフレームに圧延垂直方向を置くことができる。このような設計の変更は、Teethの長さ、環状フレームの直径の長さ、また環状フレームの幅により決定される。通常Teeth部位は発電機稼働時に大きい磁束が流れる部位であり、このような磁束が環状部位に抜け出るようになる。この時の発生するエネルギーを考慮して、圧延方向と圧延垂直方向をTeeth部にするか、環状部位にするかを決定ようになるが、Brが全て1.65T以上で非常に高い磁束密度を有する材料の場合、このような圧延方向と圧延垂直方向がいずれの部位に使用されるのかの区分が必要ないため、いずれにしても非常に高いエネルギー効率を有するようになる。また円周方向のBr磁束密度が1.55T以上で高くなればT字のTeeth部位と環状フレームの連結部位での磁束によるエネルギー損失が大きく減少する。これを通じて、発電機の効率を向上させたり、環状フレームの幅とTeeth部位の大きさを減少させて小さいサイズのコアでも高い効率の発電機を作ることができる。

40

50

【0061】

圧延方向の B_h が 1.8 T 以上で高く、圧延垂直方向も 1.7 T 以上で非常に優れた特性の電磁鋼板を使用することによって設計磁束が高い電気機器、例えば発電機あるいはモータに分割されたコアの形態あるいはより小さいコアで分割せずに使用されるコアで加工する場合に、これを通じて励磁電流の量を減少させることによって、電気機器の効率を大きく向上させることができる。

【0062】

1.5 T の磁場がかかる時、測定周波数が 0.01 Hz 以下での透磁率 U_{DC} が 50 Hz での透磁率 U_{50} の 1.2 倍以上であってもよい。

【0063】

発電機のうち、ギヤがない風力発電機の場合、回転磁界が非常に遅いため、通常の 50 Hz 透磁率より 0.01 Hz 以下の透磁率により回路に流れる電流の値が大きく影響を受けるようになり、 0.01 Hz 以下の透磁率が 50 Hz の透磁率より 1.2 倍以上高い場合、電流による発熱が大きく減って発電機の効率が向上することができる。

電磁鋼板を $750^\circ\text{C} \sim 880^\circ\text{C}$ の温度で $1 \sim 2$ 時間焼鈍後に測定された B_r 値が 1.65 T 以上であってもよい。

【数2】

$$B_r = 7.87 / (7.87 - 0.0065 \times [Si] - 0.1105 \times [Al]) \times B_8$$

(数2中、 $[Si]$ および $[Al]$ は、それぞれ、 Si および Al の含有量 (重量%) を示す。 B_8 は 800 A/m で誘起した時に誘導される磁場の強度 (Tesla) を示す。)

【0064】

圧延方向の B_h が 1.8 T 以上であり、圧延垂直方向の B_h が 1.7 T 以上であり、円周方向の B_h が 1.6 T 以上であり、 B_h は下記数3で計算される。

【数3】

$$B_h = 7.87 / (7.87 - 0.0065 \times [Si] - 0.1105 \times [Al]) \times B_{25}$$

(数3中、 $[Si]$ および $[Al]$ は、それぞれ、 Si および Al の含有量 (重量%) を示す。 B_{25} は 2500 A/m で誘起した時に誘導される磁場の強度 (Tesla) を示す。)

【0065】

本発明の一実施例による二方向性電磁鋼板の製造方法は、重量%で、 $Si: 2.0 \sim 6.0\%$ 、 $Al: 0.0005 \sim 0.04\%$ 、 $S: 0.0001 \sim 0.003\%$ 、 $Mn: 0.02 \sim 1.0\%$ 、 $N: 0.001 \sim 0.01\%$ 、 $C: 0.02 \sim 0.06\%$ 、 $Ti: 0.01\%$ 以下 (0% を含まない)、 $P: 0.005 \sim 0.10\%$ を含み、残部は Fe およびその他不可避な不純物を含み、下記数1を満たすスラブを製造する段階、スラブを加熱する段階、スラブを熱間圧延して熱延板を製造する段階、熱延板を冷間圧延して冷延板を製造する段階、冷延板を1次再結晶焼鈍する段階、および1次再結晶焼鈍された冷延板を2次再結晶焼鈍する段階、を含む。

【数1】

$$[Mn] / [S] \geq 60$$

(数1中、 $[Mn]$ および $[S]$ は、それぞれ、 Mn および S の含有量 (重量%) を示す。)

【0066】

以下、各段階別に具体的に説明する。

まず、スラブを製造する。スラブ内の各組成の添加比率を限定した理由は、前述した二方向性電磁鋼板の組成限定の理由と同一であるため、重複する説明を省略する。後述する熱間圧延、熱延板焼鈍、冷間圧延、1次再結晶焼鈍、2次再結晶焼鈍などの製造過程で C 、 N 以外のスラブの組成は実質的に変動しないため、スラブの組成と二方向性電磁鋼板の組成が実質的に同一である。

10

20

30

40

50

スラブは、下記数 4 を満たすことができる。

【数 4】

$$[C] / [Si] \geq 0.0067$$

(数 4 中、 $[C]$ および $[Si]$ は、それぞれ、スラブ内の C および Si の含有量 (重量 %) を示す。)

【0067】

C が過度に少なく含まれたり、Si が過量で含まれる場合、Cube の成長を促進し、Goss の成長を抑制することが難しくなり得る。より具体的に数 4 の左辺は 0.0083 以上であってもよい。

スラブは、薄物スラブ法またはストリップキャスト法を利用して製造することができる。スラブの厚さは 200 ~ 300 mm になることができる。

【0068】

次に、スラブを加熱する。

スラブを加熱する段階で 1100 °C 以上の時間が 25 ~ 50 分であってもよい。

1100 °C 以上の時間を適切に確保できなければ、熱延板の結晶粒径を適切に確保できないか、または 0.5 μm 以上の粗大析出物が多量生成されて、圧延垂直方向での磁性を適切に確保することができない。

【0069】

次に、スラブを熱間圧延して熱延板を製造する。

熱延板を製造する段階で、2 以上のパスを含み、最終パスおよび最終パス以前のパスでの圧下率がそれぞれ 15 ~ 40 % であり、最終パスおよび最終パス以前のパスでの圧下率の合計が 55 % 以下であってもよい。

【0070】

熱間圧延の最後のパスは、熱間圧延温度が最も低い温度として、圧延性が極めて劣位にある。このような温度領域で多い圧下率で圧延をすることが好ましくない。また最後の二つのパスで圧下率が大きくなることによって熱延板の表面で Goss 方位の結晶粒の分率が大きく増加する傾向にあるため、これを抑制するために、各パスでの圧下率を 10 ~ 40 % 以下にし、二つのパスでの圧下率の合計を 55 % 以下にすることが必要である。

【0071】

熱間圧延終了温度は、950 °C 以下になることができる。熱間圧延終了温度が低いことから、熱延板内部の延伸された Cube 方位を有する結晶粒がより多いエネルギーを蓄積し、そのために熱延板焼鈍時に Cube の分率が増加することがある。

熱延板の厚さは、1 ~ 2 mm になることができる。

【0072】

熱延板を製造する段階後、熱延板を焼鈍する段階をさらに含むことができる。

熱延板を焼鈍する段階で 1100 °C 以上の時間が 5 ~ 50 秒であってもよい。熱延板焼鈍後に微細析出物を作るためであり、スラブで形成された析出物をより粗大化せず、より好ましくは、より微細化するために時間を制限する必要がある。

【0073】

また、スラブの厚さを T_{slab} とし、前記熱延板の厚さを $T_{hot-coil}$ とする時、スラブを加熱する段階でスラブの焼鈍時間中 1100 °C 以上での焼鈍時間が熱延板焼鈍する段階で 1100 °C 以上での熱延板焼鈍時間より $2 \times T_{slab} / T_{hot-coil}$ 倍以上、 $4 \times T_{slab} / T_{hot-coil}$ 倍以下に短く実施することができる。これはスラブで形成される析出物の大きさをより微細化するためであり、スラブは熱延板より板の厚さが厚いため、微細な析出物を厚さ方向により均一に得にくい。したがって、時間制限を通じてスラブで形成される析出物が粗大化されることを抑制することができる。

【0074】

熱延板を焼鈍する段階後、熱延板の平均結晶粒径が 100 ~ 200 μm であってもよい。

結晶粒径が粗大化されれば、圧延時に形成されるせん断帯 (Shear band) により Goss 方位の結晶粒核が形成される可能性が多くなるため、その大きさを 200 μm

10

20

30

40

50

以下に制限する必要がある。結晶粒径は標準の結晶粒径測定法で同一の体積の球を仮定して、その球の直径を測定する方式で測定することができる。

【0075】

熱延板を焼鈍する段階後、熱延板1mm²面積で、粒径が0.1μm以上である析出物の数が100～4000個であり、粒径が0.5μm超過である析出物の数（B）に対する、粒径が0.1～0.5μmである析出物の数（A）の比率（A/B）が1以上であってもよい。

析出物の個数を適切に確保してこそ、Cube集合組織を得ることができるためである。また、粗大析出物および微細析出物の比率が適切に形成されてこそ、2次再結晶が円滑に行われ、圧延方向および圧延垂直方向での磁性が全て優秀になり得る。

10

【0076】

熱延板を焼鈍する段階の焼鈍温度は、1000～1200℃であってもよい。

熱延板を焼鈍する段階の温度（T2）およびスラブを加熱する段階の温度（T1）が下記数5を満たすことができる。

〔数5〕

$$-200 \leq T1 - T2 \leq 30$$

前記数5を満たさない場合、熱延板で粗大析出物が多量発生して、圧延垂直方向での磁性が劣化することがある。

【0077】

スラブを加熱する段階後、熱延板を製造する段階までの時間が3～20分であり、スラブ加熱する段階から熱延板を製造する段階までの最大温度が熱延板焼鈍する段階の焼鈍温度の20℃以下であってもよい。

20

【0078】

スラブを加熱する段階後、熱延板を製造する段階までの時間を適切に維持し、同時に、スラブ加熱する段階から熱延板を製造する段階までの最大温度が熱延板焼鈍する段階の焼鈍温度の関係を制御することによって、析出物の大きさは極めて微細化されて2次再結晶が有利になり得る。

【0079】

冷延板を製造する段階で、圧下率が50～70%であってもよい。圧下率が過度に高い時、GOS結晶が多数形成される問題がある。圧下率が過度に低い時、最終製造される鋼板の厚さが厚くなる問題がある。

30

【0080】

1次再結晶焼鈍する段階で窒化量が0.01～0.023重量%であってもよい。窒化量が適切に確保されない場合、2次再結晶が円滑に形成されず、磁性が劣化する問題が発生することがある。

【0081】

1次再結晶焼鈍する段階後、1次再結晶焼鈍された鋼板の平均結晶粒径が32～50μmであってもよい。1次再結晶焼鈍された鋼板の平均結晶粒径を適切に確保できない場合、2次再結晶が円滑に形成されず、磁性が劣化する問題が発生することがある。

【0082】

1次再結晶焼鈍する段階後、MgOを含む焼鈍分離剤を塗布する段階をさらに含むことができる。

40

焼鈍分離剤塗布により形成されるフォルステライト層については前述したものと同一であるため、重複する説明は省略する。

【0083】

以下、本発明の好ましい実施例および比較例を記載する。しかし、下記の実施例は、本発明の好ましい一実施例に過ぎず、本発明が下記の実施例に限定されるのではない。

【0084】

実験例1

表1および表2で示す成分および残部Feおよび不可避な不純物からなるスラブを製造し

50

、1150℃で加熱後に熱間圧延して1.6mmの厚さの熱延コイルを製造して1100℃～1140℃で30秒間焼鈍し、900℃で90秒間焼鈍後に急冷した熱延焼鈍板を圧下率63%まで冷間圧延した。

【0085】

冷間圧延した板は0.02wt%に窒化して露点60℃水素75%雰囲気で脱炭する1次再結晶焼鈍工程を経て結晶粒径を36μmになるようにした。その後、MgO成分を含む焼鈍分離剤を塗布した後に時間当り20℃の昇温速度で1200℃まで昇温した後、20時間にかけて2次再結晶焼鈍を実施した。冷却された板はMgO焼鈍分離剤を除去した後に絶縁コーティングを実施し、磁性を測定して表3に整理した。磁性測定後に800℃で2時間焼鈍後に磁性を再測定した結果を表3に示した。

【0086】

10

20

30

40

50

【表 1】

試片 (重 量%)	Si	Al	S	Mn	N	C	Ti	P	Mn/ S	C/Si
A1	2.6 9	0.02 8	0.000 9	0.14 3	0.002 8	0.02 5	0.00 2	0.05	158	0.009 3
A2	2.7 7	0.02 8	0.000 9	0.14 4	0.002 7	0.02 5	0.00 2	0.04 5	152	0.009
A3	2.5 3	0.02 9	0.000 9	0.14 2	0.002 8	0.02 3	0.00 2	0.04 9	156	0.009 1
A4	2.6 5	0.02 8	0.000 9	0.14 4	0.002 9	0.02 4	0.00 2	0.04 9	156	0.009 1
A5	2.7 9	0.02 8	0.000 9	0.14 6	0.002 8	0.02 2	0.00 2	0.04 8	162	0.007 9
A6	2.7 4	0.02 8	0.000 9	0.14 6	0.002 9	0.02 8	0.00 2	0.04 5	159	0.010 2
A7	2.7 1	0.02 8	0.000 9	0.07 6	0.002 9	0.02 3	0.00 2	0.04 7	84	0.008 5
A8	2.7 5	0.02 8	0.001	0.28 1	0.002 9	0.02 3	0.00 2	0.04 6	284	0.008 4
A9	2.6 3	0.00 6	0.000 9	0.14 9	0.002 9	0.02 5	0.00 2	0.04 8	158	0.009 5
A10	2.3 6	0.02 9	0.000 9	0.14 9	0.003	0.02 3	0.00 2	0.04 6	158	0.009 7
A11	3	0.02 7	0.000 9	0.15	0.002 9	0.02 5	0.00 2	0.04 6	162	0.008 3
A12	2.6	0.02	0.000	0.14	0.003	0.02	0.00	0.06	156	0.008

10

20

30

40

50

	4	7	9	2		3	2	4		7
A13	2.7 8	0.02 6	0.001	0.13 7	0.003	0.02 3	0.00 2	0.01 9	139	0.008 3
A14	2.6 4	0.02 9	0.001	0.14 5	0.002 8	0.02 3	0.01 4	0.04 6	153	0.008 7
A15	2.7 7	0.02 7	0.004 7	0.04 6	0.002 8	0.02 4	0.00 2	0.04 6	10	0.008 7
A16	2.5 3	0.02 6	0.000 9	0.14	0.002 8	0.01 4	0.00 2	0.04 9	149	0.005 5
A17	2.6	0.02 8	0.000 9	0.14 3	0.002 9	0.08	0.00 2	0.04 9	152	0.030 8
A18	2.8	0.02 8	0.000 9	0.13 5	0.002 8	0.02 3	0.00 2	0.04 7	147	0.008 2
A19	2.7 2	0.02 8	0.001	0.14 7	0.002 7	0.02 5	0.00 2	0.04 6	148	0.009 2
A20	2.6 8	0.02 8	0.001	0.14 8	0.002 8	0.02 4	0.00 2	0.04 5	151	0.009
A21	2.6 5	0.02 8	0.001	0.14 7	0.002 9	0.02 4	0.00 2	0.04 6	153	0.009 1
A22	2.7 9	0.02 6	0.001	0.13 9	0.002 9	0.02 4	0.00 2	0.04 6	140	0.008 6
A23	2.7 7	0.02 6	0.001	0.14 9	0.002 9	0.02 5	0.00 2	0.04 6	153	0.009
A24	2.7 7	0.02 6	0.000 9	0.14 9	0.003	0.02 4	0.00 2	0.04 7	162	0.008 7

10

20

30

40

50

【表 2】

試片 (重量%)	Sn	Sb	Mo	Bi	Pb	Mg	As	Be	Sr
A1	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A2	0.03 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A3	0.00 5	0.03 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A4	0.03 5	0.03 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A5	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A6	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A7	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A8	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A9	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A10	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A11	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A12	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5

10

20

30

40

50

	5	5	3	1	5	5	5	5	5
A13	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A14	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A15	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A16	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A17	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A18	0.00 5	0.00 5	0.02 5	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A19	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.01 2	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A20	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.011	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A21	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.021	0.00 5	0.0000 5	0.0000 5
A22	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.02 2	0.0000 5	0.0000 5
A23	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.025	0.0000 5
A24	0.00 5	0.00 5	0.00 3	0.00 1	0.000 5	0.000 5	0.00 5	0.0000 5	0.013

10

20

30

40

50

【表 3】

試片	圧延方向 Br (T)	圧延垂直 方向 Br (T)	円周方向 Br (T)	圧延方向 Bh (T)	圧延垂直 方向 Bh (T)	円周方向 Bh (T)	UDC	U50	2 時間焼鈍後エ プスタイン Br (T)	備考
A1	1.75	1.73	1.68	1.85	1.83	1.7	9400	6954	1.74	発明例
A2	1.708	1.717	1.669	1.847	1.825	1.652	9126	7229	1.713	発明例
A3	1.693	1.673	1.627	1.851	1.799	1.634	8828	6968	1.683	発明例
A4	1.683	1.709	1.612	1.848	1.801	1.629	8962	7348	1.696	発明例
A5	1.693	1.667	1.624	1.893	1.796	1.633	8804	6870	1.68	発明例
A6	1.735	1.658	1.672	1.883	1.765	1.607	8964	7304	1.696	発明例
A7	1.706	1.659	1.72	1.918	1.8	1.599	8826	7082	1.683	発明例
A8	1.716	1.699	1.713	1.898	1.844	1.601	9076	7134	1.708	発明例
A9	1.717	1.664	1.676	1.876	1.875	1.575	8909	7145	1.691	発明例
A10	1.742	1.701	1.674	1.919	1.838	1.553	9217	7218	1.722	発明例
A11	1.726	1.673	1.626	1.914	1.813	1.513	8997	7221	1.7	発明例
A12	1.684	1.634	1.626	1.905	1.853	1.486	8586	6520	1.659	発明例
A13	1.682	1.626	1.616	1.882	1.886	1.443	8540	6993	1.654	発明例
A14	1.73	1.574	1.541	1.821	1.717	1.436	2353	2674	0.88	比較例
A15	1.732	1.649	1.477	1.809	1.776	1.415	2531	2317	1.092	比較例
A16	1.688	1.595	1.443	1.783	1.748	1.357	2384	2641	0.903	比較例
A17	1.651	1.542	1.391	1.758	1.634	1.404	2672	2577	1.037	比較例
A18	1.585	1.524	1.405	1.672	1.708	1.371	2704	2557	1.057	比較例
A19	1.542	1.502	1.475	1.623	1.721	1.345	2328	2345	0.993	比較例
A20	1.575	1.539	1.47	1.633	1.748	1.402	2577	2426	1.062	比較例
A21	1.543	1.553	1.477	1.596	1.743	1.46	2669	2564	1.041	比較例
A22	1.511	1.551	1.426	1.65	1.662	1.398	2672	2306	1.159	比較例
A23	1.494	1.428	1.409	1.718	1.623	1.395	2681	2474	1.084	比較例
A24	1.49	1.445	1.384	1.659	1.62	1.451	2439	2403	1.015	比較例

【0087】

表1～表3に示したように、本発明の合金組成を満たす発明例は、磁性が優れていることを確認できる。反面、本発明の合金組成を満たさない比較例は、磁性が劣悪であることを確認できる。

【0088】

実験例2

実施例1のA1試片を焼鈍分離剤を除去せずに、下記表4のように、厚さ分率を制御し、上面絶縁コーティングおよび下面絶縁コーティングを形成して、磁性を測定して下記表5に整理した。

【0089】

10

20

30

40

50

【表 4】

試片名	フォルステライト層 表面 2 μm 以下の厚さ 分率(面積%)	上面絶縁層の厚さ (μm)	下面絶縁層の厚さ (μm)	厚さ差 (μm)	上面粗さ (μm)	下面粗さ (μm)	粗さ差 (μm)
B1	80	9.5	3.3	6.2	0.5	0.4	0.1
B2	80	3.2	9	5.8	0.5	0.4	0.1
B3	80	2.1	1.8	0.3	0.5	0.4	0.1
B4	10	3.5	2.5	1	0.5	0.4	0.1
B5	80	2.1	1.8	0.3	1.1	0.9	0.2
B6	80	3.5	2.5	1	0.9	0.4	0.5
B7	50	2.1	1.8	0.3	0.5	0.4	0.1
B8	100	2.1	1.8	0.3	0.5	0.4	0.1

【表 5】

試片名	圧延方向 Br (T)	圧延垂直方向 Br (T)	円周方向 Br (T)	圧延方向 Bh (T)	圧延垂直方向 Bh (T)	円周方向 Bh (T)	備考
B1	1.76	1.61	1.59	1.85	1.7	1.65	比較例
B2	1.76	1.58	1.57	1.85	1.68	1.65	比較例
B3	1.76	1.74	1.65	1.85	1.83	1.75	発明例
B4	1.73	1.53	1.54	1.85	1.63	1.6	比較例
B5	1.76	1.45	1.46	1.85	1.55	1.55	比較例
B6	1.76	1.55	1.55	1.85	1.64	1.64	比較例
B7	1.74	1.7	1.63	1.84	1.81	1.75	発明例
B8	1.77	1.73	1.65	1.87	1.85	1.78	発明例

【0090】

表 4 および表 5 に示すように、フォルステライト層の厚さ分率、上面および下面絶縁層の厚さおよび粗面範囲を満たす発明例は、磁性が優れていることを確認できる。反面、フォルステライト層の厚さ分率、上面および下面絶縁層の厚さおよび粗面範囲を満たさない比較例は、圧延垂直方向の磁性が特に劣化することを確認できる。

【0091】

実験例 3

重量%で Si : 2.8%、Al : 0.029%、S : 0.001%、Mn : 0.15%、

N : 0.003%、C : 0.025%、Ti : 0.002%、P : 0.05%を含み、残部Feおよび不可避な不純物からなるスラブを製造した。スラブを1150℃で加熱後、熱間圧延して1.6mmの厚さの熱延コイルを製造して1100℃～1140℃で30秒間焼鈍し、900℃で90秒間焼鈍後に急冷した熱延焼鈍板を下記表6に記載された圧下率で冷間圧延した。

【0092】

冷間圧延した板は、下記表6に記載したように、窒化したり窒化しないままで露点60℃水素75%雰囲気中で脱炭する焼鈍工程を経て下記表6に記載した平均結晶粒径になるようにした。窒化しない1次再結晶試片は、窒素100%雰囲気中で昇温速度10℃/sに温度を上げて1150℃で30分間焼鈍を実施し、窒化した試片はMgO成分を主にする焼鈍分離剤を塗布した後に時間当たり20℃の昇温速度で1200℃まで昇温した後、20時間にかけて2次再結晶焼鈍を実施した。二つの焼鈍工程から出た素材は全て絶縁コーティングを付着して磁性とCubeの分率を測定した。

【0093】

【表6】

試片	冷延板 厚さ (mm)	冷間 圧下 率	1次再結晶 結晶粒径 (μm)	窒化実 施有無	窒化量 (wt%)	キューブ 分率 (面積%)	圧延 方向 Br (T)	圧延垂 直方向 Br (T)	円周方 向Br (T)	備考
C1	0.85	47%	35	0	0.02%	55	1.64	1.62	1.61	比較例
C2	0.8	50%	35	0	0.02%	84	1.73	1.7	1.61	発明例
C3	0.7	56%	36	0	0.02%	88	1.72	1.69	1.62	発明例
C4	0.6	63%	37	0	0.02%	99	1.75	1.71	1.64	発明例
C5	0.5	69%	35	0	0.02%	80	1.67	1.66	1.63	発明例
C6	0.35	78%	35	0	0.02%	32	1.76	1.43	1.49	比較例
C7	0.64	60%	37	X	—	45	1.67	1.65	1.57	比較例
C8	0.6	63%	35	X	—	35	1.64	1.63	1.57	比較例

【0094】

表6に示すように、冷間圧下率および窒化量範囲を満たす発明例は、キューブ組織を適切に確保し、磁性が優れていることを確認できる。反面、冷間圧下率を適切に制御できなかったり、窒化しない場合、圧延垂直方向の磁性が劣化したり、円周方向での磁性が劣化することを確認できる。

【0095】

実験例4

重量%でSi : 2.8%、Al : 0.029%、S : 0.001%、Mn : 0.15%、N : 0.003%、C : 0.025%、Ti : 0.002%、P : 0.05%を含み、残部Feおよび不可避な不純物からなるスラブを製造した。スラブを下記表7の温度で加熱後に熱間圧延して1.6mmの厚さの熱延コイルを製造した。この時、熱間圧延終了温度を表7に整理した。

【0096】

その後、下記表 7 の温度で焼鈍し、焼鈍した熱延板の平均結晶粒径、析出物を下記表 7 に整理した。析出物は直径 0.1 μm 以上である析出物を基準に個数を測定し、任意の 1 m $\times$ 1 m 面積内の析出物個数を測定した。

【0097】

その後、熱延焼鈍板を圧下率 63 % まで冷間圧延した。

冷間圧延した板は 0.02 wt % に窒化して露点 60 $^{\circ}\text{C}$ 水素 75 % 雰囲気中で脱炭する 1 次再結晶焼鈍工程を経て結晶粒径を下記表 7 のようになるようにした。その後、MgO 成分を含む焼鈍分離剤を塗布した後に時間当り 20 $^{\circ}\text{C}$ の昇温速度で 1200 $^{\circ}\text{C}$ まで昇温した後、20 時間にかけて 2 次再結晶焼鈍を実施した。絶縁コーティングを実施して磁性を測定して表 8 に整理した。

【0098】

【表 7】

試片	スラブ 加熱温 度 (T1, $^{\circ}\text{C}$)	熱間圧 延終了 温度 ($^{\circ}\text{C}$)	スラブ 加 熱 1, 100 $^{\circ}\text{C}$ 以上 の 時 間 (分)	熱延板 焼鈍温 度 (T2, $^{\circ}\text{C}$)	熱延板 焼鈍時 1100 $^{\circ}\text{C}$ 以上の 時 間 (秒)	熱延板 結晶粒 径 (μm)	析 出 物 数 (個 /mm ²)	0.1~0. 5 μm の 析 出 物 数 (個 /mm ²)	0.5 μm 超 過 の 析 出 物 数 (個 /mm ²)	1 次再 結晶粒 径 (μm)
D1	1150	780	30	1140	30	120	955	853	102	27
D2	1150	850	35	1130	30	100	734	543	191	31
D3	1130	750	30	1130	30	100	1033	943	90	31
D4	1150	930	35	1100	30	80	654	312	342	34
D5	1100	910	20	1130	30	100	432	135	297	35
D6	1100	960	20	1100	30	80	54	21	33	32
D7	1130	730	30	1130	60	350	7	3	4	34
D8	1150	740	35	1150	3	150	6542	5463	1079	38
D9	1150	780	35	1140	30	100	1020	754	266	37
D10	1150	920	35	1140	30	100	354	193	161	36

10

20

30

40

50

【表 8】

試片	圧延方向 Br	圧延垂直方向 Br	円周方向 Br	圧延方向 Bh	圧延垂直方向 Bh	円周方向 Bh	備考
D1	1.72	1.46	1.45	1.83	1.55	1.54	比較例
D2	1.71	1.54	1.52	1.81	1.65	1.63	比較例
D3	1.7	1.43	1.45	1.8	1.54	1.53	比較例
D4	1.73	1.42	1.47	1.83	1.52	1.53	比較例
D5	1.72	1.43	1.48	1.82	1.55	1.54	比較例
D6	1.66	1.56	1.54	1.75	1.65	1.66	比較例
D7	1.54	1.48	1.49	1.66	1.57	1.55	比較例
D8	1.73	1.54	1.55	1.85	1.65	1.64	比較例
D9	1.73	1.72	1.65	1.88	1.86	1.75	発明例
D10	1.74	1.71	1.63	1.9	1.88	1.75	発明例

【0099】

表7～表8に開示したように、1次再結晶直径を適切に確保できなかったD1～D4、D6、D7は、圧延垂直方向の磁性が劣化し、円周方向の磁性も良くないことを確認できる。

【0100】

特にD4は、加熱温度が熱延板焼鈍温度に比べて非常に高く、熱延板結晶粒径が小さく、粗大析出物が多量生成されて、磁性が劣化することを確認できる。また、D5、D6は、スラブ加熱する段階で、1100℃以上の時間を確保できず、析出物が適切に析出されなかったり、粗大析出物が多量生成されることによって、磁性が劣化することを確認できる。D7およびD8は、熱延板焼鈍時間が過度に長い、過度に短いため、析出物が過度に少なく生成されたり、過度に多量生成されて、磁性が劣化することを確認できる。

【0101】

実験例5

重量%でSi:2.8%、Al:0.029%、S:0.001%、Mn:0.15%、N:0.003%、C:0.025%、Ti:0.002%、P:0.05%を含み、残部Feおよび不可避な不純物からなるスラブを製造した。スラブを1150℃で加熱後に熱間圧延して1.6mmの厚さの熱延コイルを製造した。スラブ製造後、熱間圧延終了時間を下記表9に整理した。スラブ加熱する段階から熱延板を製造する段階までの最大温度を表9に整理した。熱間圧延時、最終パスの圧下率および最終パス前パスの圧下率を表9に整理し、最終パスおよびその前パスの圧下率の合計を下記表9に整理した。1100℃～1140℃で30秒間焼鈍し、900℃で90秒間焼鈍後に急冷した熱延焼鈍板を圧下率63%まで冷間圧延した。

【0102】

冷間圧延した板は、0.02wt%に窒化して露点60℃水素75%雰囲気中で脱炭する1次再結晶焼鈍工程を経て結晶粒径を下記表7のようになるようにした。その後、MgO成分を含む焼鈍分離剤を塗布した後に時間当たり20℃の昇温速度で1200℃まで昇温した

後、20時間にかけて2次再結晶焼鈍を実施した。絶縁コーティングを実施して磁性を測定して表10に整理した。

【0103】

【表9】

試片	スラブ製造 後熱間圧延 時間(分)	最大温度 (℃)	熱延板焼 鈍温度 (℃)	最終パス 圧下率 (%)	最終パス前 のパス圧下 率 (%)	圧下率合 計 (%)
E1	10	1100	1130	15	30	45
E2	10	1100	1130	20	30	50
E3	10	1100	1130	50	50	100
E4	10	1100	1130	30	40	70
E5	40	1100	1130	15	30	45
E6	10	1070	1130	10	20	30

10

20

【表10】

試片	圧延方 向 Br (T)	圧延垂直 方 向 Br (T)	円周方向 Br (T)	圧延方 向 Bh (T)	圧延垂直 方 向 Bh (T)	円周方 向 Bh (T)	備考
E1	1.76	1.74	1.7	1.86	1.81	1.76	発明例
E2	1.8	1.8	1.72	1.95	1.81	1.75	発明例
E3	1.65	1.45	1.47	1.75	1.55	1.53	比較例
E4	1.65	1.48	1.5	1.75	1.58	1.57	比較例
E5	1.69	1.43	1.45	1.78	1.53	1.54	比較例
E6	1.67	1.51	1.53	1.72	1.61	1.61	比較例

30

【0104】

表9および表10に示すように、全ての条件を満たす発明例は、磁性が優れていることを確認できる。反面、E3は、熱間圧延での最終パスおよび最終パス前パスの圧下率が高いため、磁性が劣位にあることを確認できる。E4は、熱間圧延での最終パスおよび最終パス前パスの圧下率合計が高いため、磁性が劣位にあることを確認できる。E5は、スラブ製造後熱間圧延までの時間が長いため、磁性が劣位にあることを確認できる。E6は、スラブ製造後熱間圧延の最大温度が熱延板焼鈍温度に比べて高く、最終パス圧下率が低いため、磁性が劣位にあることを確認できる。

40

【0105】

本発明は、前記実施例に限定されるのではなく、互いに異なる多様な形態に製造可能であり、本発明が属する技術分野における通常の知識を有する者は、本発明の技術的な思想や

50

必須の特徴を変更することなく他の具体的な形態に実施可能であることを理解できるはずである。したがって、以上で記述した実施例は、全ての面で例示的なものであり、限定的なものではないと理解しなければならない。

10

20

30

40

50

フロントページの続き

(コエドンドン) ポスコ 内

(72)発明者 シン, スーヨン

大韓民国 キョンサンブクード ポハンーシ ナムーグ ドンヘアンーロ 6 2 6 1 (コエドンドン) ポスコ 内

審査官 鈴木 葉子

(56)参考文献 特開 2 0 1 2 - 1 2 6 9 8 0 (J P , A)

特開 2 0 0 2 - 1 2 9 2 3 3 (J P , A)

特開 2 0 0 8 - 1 0 6 3 6 7 (J P , A)

特開 2 0 0 8 - 1 5 0 6 9 7 (J P , A)

特開 2 0 0 5 - 1 7 9 7 4 5 (J P , A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., D B名)

C 2 2 C 3 8 / 0 0 - 3 8 / 6 0

C 2 1 D 8 / 1 2 , 9 / 4 6

H 0 1 F 1 / 1 2 - 1 / 3 8 , 1 / 4 4