

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7352108号
(P7352108)

(45)発行日 令和5年9月28日(2023.9.28)

(24)登録日 令和5年9月20日(2023.9.20)

(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 38/60 (2006.01)

C 2 2 C 38/60

C 2 1 D 8/12 (2006.01)

C 2 1 D 8/12 B

H 0 1 F 1/147(2006.01)

H 0 1 F 1/147 1 8 3

請求項の数 5 (全38頁)

(21)出願番号 特願2021-546935(P2021-546935)
 (86)(22)出願日 令和2年9月16日(2020.9.16)
 (86)国際出願番号 PCT/JP2020/035119
 (87)国際公開番号 WO2021/054371
 (87)国際公開日 令和3年3月25日(2021.3.25)
 審査請求日 令和4年3月14日(2022.3.14)
 (31)優先権主張番号 特願2019-170881(P2019-170881)
 (32)優先日 令和1年9月19日(2019.9.19)
 (33)優先権主張国・地域又は機関
 日本国(JP)

(73)特許権者 000006655
 日本製鉄株式会社
 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号
 (74)代理人 100149548
 弁理士 松沼 泰史
 (74)代理人 100140774
 弁理士 大浪 一徳
 (74)代理人 100134359
 弁理士 勝俣 智夫
 (74)代理人 100188592
 弁理士 山口 洋
 (74)代理人 100217249
 弁理士 堀田 耕一郎
 (74)代理人 100221279
 弁理士 山口 健吾

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 方向性電磁鋼板

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

母材鋼板と、
 前記母材鋼板上に配されたガラス被膜と、
 前記ガラス被膜上に配された張力付与絶縁被膜と、を備え、
 前記母材鋼板及び前記ガラス被膜の平均化学組成が、質量%で、
 C：0.010%以下、
 Si：2.5～4.0%、
 Mn：0.01～1.00%、
 N：0.010%以下、
 sol. Al：0.010%以下、
 insol. Al：0.005～0.030%、
 Mg：0.05～0.20%、
 O：0.05～0.40%、
 Ti：0～0.020%、
 S：0.010%以下、
 P：0.030%以下、
 Sn：0～0.50%、
 Cr：0～0.50%、
 Cu：0～0.50%、

$B_i : 0 \sim 0.0100\%$ 、
 $S_e : 0 \sim 0.020\%$ 、
 $S_b : 0 \sim 0.50\%$ 、及び、
 残部が Fe 及び不純物からなり、
 前記ガラス被膜の表面から深さ方向にグロー放電発光分析を実施して求めた Al 及び Si のグロー発光分光スペクトルに関して、
 前記ガラス被膜の表面を測定開始時刻 T_s とし、
 Al が最大発光強度となる時刻を T^{Al}_p と定義し、
 前記 T^{Al}_p での Al の発光強度を $F(T^{Al}_p)$ と定義し、
 Si が最大発光強度となる時刻を T^{Si}_p と定義し、
 前記 T^{Si}_p での Al の発光強度を $F(T^{Si}_p)$ と定義したとき、
 前記 T_s と、前記 T^{Al}_p と、前記 $F(T^{Al}_p)$ と、前記 T^{Si}_p と、前記 $F(T^{Si}_p)$ とが、
 $0.05 \leq F(T^{Si}_p) / F(T^{Al}_p) \leq 0.50$ 、及び、
 $2.0 \leq (T^{Al}_p - T_s) / (T^{Si}_p - T_s) \leq 5.0$
 を満たす、方向性電磁鋼板。

10

【請求項 2】

前記母材鋼板の板厚が、 0.17 mm 以上 0.22 mm 未満である、請求項 1 に記載の方向性電磁鋼板。

【請求項 3】

20

前記平均化学組成として、質量％で、
 $Cr : 0.01 \sim 0.50\%$ 、
 $Sn : 0.01 \sim 0.50\%$ 、
 $Cu : 0.01 \sim 0.50\%$ 、
 $B_i : 0.0010 \sim 0.0100\%$ 、
 $S_e : 0.001 \sim 0.020\%$ 、及び、
 $S_b : 0.01 \sim 0.50\%$ 、
 からなる群から選択される少なくとも 1 元素を含有する、請求項 1 又は請求項 2 に記載の方向性電磁鋼板。

【請求項 4】

30

前記ガラス被膜の表面から深さ方向にグロー放電発光分析を実施して求めた Al 及び Fe のグロー発光分光スペクトルに関して、
 Al が最大発光強度となる時刻を T^{Al}_p と定義し、
 Fe 発光強度が Fe 発光強度の飽和値に対して 60% となる時刻を T^{Fe}_{60} と定義し、
 Fe 発光強度が Fe 発光強度の飽和値に対して 90% となる時刻を T^{Fe}_{90} と定義したとき、
 前記 T^{Al}_p と、前記 T^{Fe}_{60} と、前記 T^{Fe}_{90} とが、
 $T^{Fe}_{60} \leq T^{Al}_p \leq T^{Fe}_{90}$
 を満たす、請求項 1 ～ 3 の何れか一項に記載の方向性電磁鋼板。

【請求項 5】

40

鉄損 $W_{17/50}$ が 0.79 W/kg 以下である、請求項 1 ～ 4 の何れか一項に記載の方向性電磁鋼板。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、方向性電磁鋼板に関する。

本願は、2019 年 9 月 19 日に、日本に出願された特願 2019-170881 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】

50

方向性電磁鋼板は、質量％で、Siを0.5～7％程度含有し、結晶方位を{110}<001>方位（ゴス方位）に集積させた鋼板である。方向性電磁鋼板は、軟質磁性材料として、トランスやその他の電気機器の鉄心材料に利用されている。

【0003】

通常、方向性電磁鋼板は、母材鋼板と、ガラス被膜と、張力付与絶縁被膜とを備える。ガラス被膜は、母材鋼板上に形成される。張力付与絶縁被膜は、ガラス被膜上に形成される。張力付与絶縁被膜及びガラス被膜を備えることにより、鋼板間の絶縁性を高めて、磁気効率を高めている。

【0004】

ガラス被膜は、フォスフェイト（ Mg_2SiO_4 ）を主体とする酸化物であり、張力付与や絶縁性に寄与する。ガラス被膜はさらに、張力付与絶縁被膜の母材鋼板への密着性を高めるという役割も有する。したがって、ガラス被膜の母材鋼板に対する密着性を高めることが要求されている。

【0005】

ガラス被膜の母材鋼板への密着性を高める技術が、日本国特開2012-214902号公報（特許文献1）、日本国特開2018-53346号公報（特許文献2）、日本国特開平11-61356号公報（特許文献3）に記載されている。

【0006】

特許文献1に開示された方向性電磁鋼板は、質量％で、Si：1.8～7％を含有し、表面にフォスフェイトを主成分とする一次被膜を有する方向性電磁鋼板において、一次被膜中にCe、La、Pr、Nd、Sc、Yの内の1種又は2種以上を目付量で片面あたり0.001～1000mg/m²含有することを特徴とする。

【0007】

特許文献2に開示された方向性電磁鋼板は、絶縁被膜と母鋼板の間に形成されたガラス被膜の断面でのボイド面積率が20％以下であることを特徴とする。

【0008】

特許文献3に開示された方向性電磁鋼板は、酸化被膜表面から行うグロー放電発光分析によって得られるSiのピーク強度がAlのピーク強度の1/2以上であるとともに、酸化被膜表面からSiのピーク位置までの深さが酸化被膜表面からAlのピーク位置までの深さの1/10以内であることを特徴とする。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0009】

【文献】日本国特開2012-214902号公報

日本国特開2018-53346号公報

日本国特開平11-61356号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

上述の特許文献1～3においても、ガラス被膜の密着性は高まる。しかしながら、他の構成により、ガラス被膜の密着性を高めてもよい。

【0011】

本発明は、上記問題に鑑みてなされたものであり、本発明では、ガラス被膜の密着性に優れる方向性電磁鋼板を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0012】

本発明の要旨は以下のとおりである。

（1）本発明の一態様にかかる方向性電磁鋼板は、母材鋼板と、前記母材鋼板上に配されたガラス被膜と、

10

20

30

40

50

前記ガラス被膜上に配された張力付与絶縁被膜と、を備え、
前記母材鋼板及び前記ガラス被膜の平均化学組成が、質量%で、

C : 0.010%以下、
Si : 2.5~4.0%、
Mn : 0.01~1.00%、
N : 0.010%以下、
sol. Al : 0.010%以下、
insol. Al : 0.005~0.030%、
Mg : 0.05~0.20%、
O : 0.05~0.40%、
Ti : 0~0.020%、
S : 0.010%以下、
P : 0.030%以下、
Sn : 0~0.50%、
Cr : 0~0.50%、
Cu : 0~0.50%、
Bi : 0~0.0100%、
Se : 0~0.020%、
Sb : 0~0.50%、及び、

残部がFe及び不純物からなり、

前記ガラス被膜の表面から深さ方向にグロー放電発光分析を実施して求めたAl及びSiのグロー発光分光スペクトルに関して、

前記ガラス被膜の表面を測定開始時刻 T_s とし、

Alが最大発光強度となる時刻を T^{Al}_p と定義し、

前記 T^{Al}_p でのAlの発光強度を $F(T^{Al}_p)$ と定義し、

Siが最大発光強度となる時刻を T^{Si}_p と定義し、

前記 T^{Si}_p でのAlの発光強度を $F(T^{Si}_p)$ と定義したとき、

前記 T_s と、前記 T^{Al}_p と、前記 $F(T^{Al}_p)$ と、前記 T^{Si}_p と、前記 $F(T^{Si}_p)$ とが、

$0.05 \leq F(T^{Si}_p) / F(T^{Al}_p) \leq 0.50$ 、及び、

$2.0 \leq (T^{Al}_p - T_s) / (T^{Si}_p - T_s) \leq 5.0$

を満たす。

(2) 上記(1)に記載の方向性電磁鋼板では、前記母材鋼板の板厚が、0.17mm以上0.22mm未満であってもよい。

(3) 上記(1)または(2)に記載の方向性電磁鋼板では、

前記平均化学組成として、質量%で、

Cr : 0.01~0.50%、
Sn : 0.01~0.50%、
Cu : 0.01~0.50%、
Bi : 0.0010~0.0100%、
Se : 0.001~0.020%、及び、
Sb : 0.01~0.50%、

からなる群から選択される少なくとも1元素を含有してもよい。

(4) 上記(1)~(3)の何れか1つに記載の方向性電磁鋼板では、

前記ガラス被膜の表面から深さ方向にグロー放電発光分析を実施して求めたAl及びFeのグロー発光分光スペクトルに関して、

Alが最大発光強度となる時刻を T^{Al}_p と定義し、

Fe発光強度がFe発光強度の飽和値に対して60%となる時刻を T^{Fe}_{60} と定義し、

Fe発光強度がFe発光強度の飽和値に対して90%となる時刻を T^{Fe}_{90} と定義したとき、

前記 T^{Al}_p と、前記 T^{Fe}_{60} と、前記 T^{Fe}_{90} とが、
 $T^{Fe}_{60} \leq T^{Al}_p \leq T^{Fe}_{90}$

を満たしてもよい。

(5) 上記 (1) ~ (4) の何れか 1 つに記載の方向性電磁鋼板では、
鉄損 $W_{17/50}$ が $0.79 W/kg$ 以下であってもよい。

【発明の効果】

【0013】

本発明の上記態様によれば、ガラス被膜の密着性に優れる方向性電磁鋼板を提供できる。

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図 1】 本発明の一実施形態に係る方向性電磁鋼板を示す斜視図である。

【図 2】 本実施形態に係る方向性電磁鋼板の変形例を示す斜視図である。

【図 3】 グロー放電発光分析によって求めた Al 及び Si のグロー発光分光スペクトルを示す図である。

【図 4】 本実施形態に係る方向性電磁鋼板から張力付与絶縁被膜を除去した状態を示す斜視図である。

【図 5】 本実施形態に係る方向性電磁鋼板の製造工程の一例を示すフロー図である。

【発明を実施するための形態】

【0015】

以下に、本発明の好適な実施の形態について詳細に説明する。ただ、本発明は本実施形態に開示の構成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。「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。各元素の含有量に関する「%」は、特に指定しない限り「質量%」を意味する。

【0016】

本発明者らはまず、母材鋼板の化学組成（母材鋼板及びガラス被膜の平均化学組成）として、質量%で、 C ：0.010%以下、 Si ：2.5~4.0%、 Mn ：0.01~1.00%、 N ：0.010%以下、 $sol.Al$ ：0.010%以下、 $insol.Al$ ：0.005~0.030%、 Mg ：0.05~0.20%、 O ：0.05~0.40%、 Ti ：0~0.020%、 S ：0.010%以下、 P ：0.030%以下、 Sn ：0~0.50%、 Cr ：0~0.50%、 Cu ：0~0.50%、 Bi ：0~0.0100%、 Se ：0~0.020%、 Sb ：0~0.50%、及び、残部が Fe 及び不純物からなる方向性電磁鋼板を対象とした。この方向性電磁鋼板に関して、ガラス被膜の密着性を高めることを目的として検討を行った。

【0017】

上述のとおり、従前の研究においても、方向性電磁鋼板におけるガラス被膜の密着性は課題となっている。ガラス被膜の密着性を高めるために、従来の研究では、例えば、次のアプローチを行っている。

(A) 焼鈍分離剤を調整することにより、ガラス被膜の密着性を高める。

(B) 仕上げ焼鈍前の母材鋼板の表層に形成される SiO_2 の形態を制御することにより、ガラス被膜の密着性を高める。具体的には、脱炭焼鈍工程を工夫することにより SiO_2 の形態を制御して、ガラス被膜の密着性を高める。

【0018】

しかしながら、本発明者らは、従来とは全く異なるアプローチによりガラス被膜の密着性を高めることを検討した。検討の結果、ガラス被膜にて、母材鋼板との界面近傍にスピネル ($MgAl_2O_4$) を局在化させれば、ガラス被膜の密着性が高まることを見出した。スピネルの界面近傍での局在化によりガラス被膜の密着性が高まるという知見は、本発明者らが初めて見出したものである。

【0019】

ガラス被膜における、スピネルの界面への局在化は、グロー放電発光分析を利用して、

10

20

30

40

50

次の方法で特定することができる。具体的には、張力付与絶縁被膜を除去した後、ガラス被膜の表面から深さ方向にグロー放電発光分析を実施して、Alの発光強度及びSiの発光強度を示すグロー発光分光スペクトル（AlのGDSスペクトル、SiのGDSスペクトル）を求める。ガラス被膜の表面を測定開始時刻 T_s とし、AlのGDSスペクトルにてAlが最大発光強度となる時刻を T^{Al}_p と定義し、時刻 T^{Al}_p でのAlの発光強度を $F(T^{Al}_p)$ と定義し、SiのGDSスペクトルにてSiが最大発光強度となる時刻を T^{Si}_p と定義し、時刻 T^{Si}_p でのAlの発光強度を $F(T^{Si}_p)$ と定義する（つまり、Siの発光強度のピーク位置におけるAlの発光強度を $F(T^{Si}_p)$ と定義する）。このとき、次の式（1）及び式（2）を満たせば、ガラス被膜中でスピネルが母材鋼板との界面近傍に十分局在化していると判断できる。

$$0.05 \leq F(T^{Si}_p) / F(T^{Al}_p) \leq 0.50 \quad \dots (式1)$$

$$2.0 \leq (T^{Al}_p - T_s) / (T^{Si}_p - T_s) \leq 5.0 \quad \dots (式2)$$

【0020】

方向性電磁鋼板に関して、スピネルを上記界面近傍に局在化させた場合、つまり、式（1）及び式（2）を満たした場合、ガラス被膜の密着性が高まる理由は現時点では定かではない。ただ、次の理由が考えられる。母材鋼板の表面には微細な凹凸が形成されている。ガラス被膜のうち、母材鋼板との界面近傍にスピネルが存在する場合、スピネルが母材鋼板の表面の凹部に嵌入している。そのため、スピネルがアンカー効果を発揮して、ガラス被膜の母材鋼板に対する密着性を高めると考えられる。このメカニズムと異なるメカニズムにより、ガラス被膜の母材鋼板に対する密着性が高まっている可能性もある。ただ、式（1）及び式（2）を満たせばガラス被膜の母材鋼板に対する密着性が高まること、後述の実施例でも例証される。

【0021】

以上の知見により完成した本実施形態に係る方向性電磁鋼板は、次の構成を有する。

【0022】

本実施形態に係る方向性電磁鋼板は、

母材鋼板と、

母材鋼板上に配されたガラス被膜と、

ガラス被膜上に配された張力付与絶縁被膜と、を備え、

母材鋼板及びガラス被膜の平均化学組成が、質量％で、

C：0.010％以下、

Si：2.5～4.0％、

Mn：0.01～1.00％、

N：0.010％以下、

sol. Al：0.010％以下、

insol. Al：0.005～0.030％、

Mg：0.05～0.20％、

O：0.05～0.40％、

Ti：0～0.020％、

S：0.010％以下、

P：0.030％以下、

Sn：0～0.50％、

Cr：0～0.50％、

Cu：0～0.50％、

Bi：0～0.0100％、

Se：0～0.020％、

Sb：0～0.50％、及び、

残部がFe及び不純物からなり、

上記ガラス被膜の表面から深さ方向にグロー放電発光分析を実施して求めたAl及びSiのグロー発光分光スペクトルに関して、

10

20

30

40

50

ガラス被膜の表面を測定開始時刻 T_s とし、
 A_l が最大発光強度となる時刻を T^{Al}_p と定義し、
 T^{Al}_p での A_l の発光強度を $F(T^{Al}_p)$ と定義し、
 S_i が最大発光強度となる時刻を T^{Si}_p と定義し、
 T^{Si}_p での A_l の発光強度を $F(T^{Si}_p)$ と定義したとき、
 上記 T_s と、上記 T^{Al}_p と、上記 $F(T^{Al}_p)$ と、上記 T^{Si}_p と、上記 $F(T^{Si}_p)$ とが、

$$0.05 \leq F(T^{Si}_p) / F(T^{Al}_p) \leq 0.50、及び、$$

$$2.0 \leq (T^{Al}_p - T_s) / (T^{Si}_p - T_s) \leq 5.0$$

を満たす。

10

【0023】

上記の方向性電磁鋼板では、ガラス被膜中でガラス被膜と母材鋼板との界面近傍にスピネルが十分に局在化している。そのため、ガラス被膜の密着性が高まる。

【0024】

また、上記の方向性電磁鋼板では、母材鋼板の板厚が、0.17 mm 以上 0.22 mm 未満であってもよい。

【0025】

また、上記の方向性電磁鋼板では、上記の平均化学組成として、質量%で、

Cr: 0.01 ~ 0.50%、

Sn: 0.01 ~ 0.50%、

20

Cu: 0.01 ~ 0.50%、

Bi: 0.0010 ~ 0.0100%、

Se: 0.001 ~ 0.020%、及び、

Sb: 0.01 ~ 0.50%、

からなる群から選択される少なくとも1元素を含有してもよい。

【0026】

また、上記の方向性電磁鋼板では、

上記ガラス被膜の表面から深さ方向にグロー放電発光分析を実施して求めた A_l 及び F_e のグロー発光分光スペクトルに関して、

A_l が最大発光強度となる時刻を T^{Al}_p と定義し、

30

F_e 発光強度が F_e 発光強度の飽和値に対して60%となる時刻を T^{Fe}_{60} と定義し、

F_e 発光強度が F_e 発光強度の飽和値に対して90%となる時刻を T^{Fe}_{90} と定義したとき、

上記 T^{Al}_p と、上記 T^{Fe}_{60} と、上記 T^{Fe}_{90} とが、

$$T^{Fe}_{60} \leq T^{Al}_p \leq T^{Fe}_{90}$$

を満たしてもよい。

【0027】

以下、本実施形態に係る方向性電磁鋼板について、詳細を説明する。

【0028】

〔方向性電磁鋼板の構成について〕

40

図1は、本実施形態に係る方向性電磁鋼板を示す斜視図である。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、母材鋼板10と、ガラス被膜11と、張力付与絶縁被膜12とを備える。ガラス被膜11は、母材鋼板10上に配されている。図1では、ガラス被膜11は、母材鋼板10の表面に直接接触して、母材鋼板10の表面上に配されている。張力付与絶縁被膜12は、ガラス被膜11上に配されている。図1では、張力付与絶縁被膜12は、ガラス被膜11の表面に直接接触して、ガラス被膜11の表面上に配されている。

【0029】

図1では、ガラス被膜11及び張力付与絶縁被膜12は、母材鋼板10の一方の表面のみに形成されている。しかしながら、図2に示すとおり、ガラス被膜11及び張力付与絶

50

縁被膜 12 は、母材鋼板 10 の一対の表面上に形成されていてもよい。

【0030】

〔母材鋼板 10 及びガラス被膜 11 の平均化学組成について〕

張力付与絶縁被膜 12 を除去した後の、ガラス被膜 11 を備えた母材鋼板 10 の化学組成（母材鋼板 10 及びガラス被膜 11 の平均化学組成）は、周知の成分分析法により求めることができる。成分分析法は、例えば、次のとおりである。

【0031】

始めに、方向性電磁鋼板 1 から、張力付与絶縁被膜 12 を除去する。具体的には、方向性電磁鋼板 1 を、NaOH：30～50 質量％及び H₂O：50～70 質量％を含有し、80～90℃の水酸化ナトリウム水溶液に、7～10 分間浸漬する。浸漬後の鋼板（張力付与絶縁被膜 12 が除去された、ガラス被膜 11 を備える母材鋼板 10）を水洗する。水洗後、温風のブローで 1 分間弱、乾燥させる。以上の処理により、張力付与絶縁被膜 12 が除去され、ガラス被膜 11 を備えた母材鋼板 10 が得られる。

【0032】

張力付与絶縁被膜 12 を除去した後の、ガラス被膜 11 を備えた母材鋼板 10 に対して、周知の成分分析法を実施する。具体的には、ドリルを用いて、ガラス被膜 11 を備えた母材鋼板 10 から切粉を生成し、その切粉を採取する。採取された切粉を酸に溶解させて溶液を得る。溶液に対して、ICP-AES（Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry）を実施して、化学組成の元素分析を実施する。

【0033】

ガラス被膜 11 を備えた母材鋼板 10 の化学組成中の Si については、JIS G1212（1997）に規定の方法（けい素定量方法）により求める。具体的には、上述の切粉を酸に溶解させると、酸化ケイ素が沈殿物として析出する。この沈殿物（酸化ケイ素）をろ紙で濾し取り、質量を測定して、Si 含有量を求める。

【0034】

C 含有量及び S 含有量については、周知の高周波燃焼法（燃焼－赤外線吸収法）により求める。具体的には、上述の溶液を酸素気流中で高周波誘導加熱により燃焼して、発生した二酸化炭素、二酸化硫黄を検出し、C 含有量及び S 含有量を求める。

【0035】

N 含有量については、周知の不活性ガス溶融－熱伝導度法を用いて求める。O 含有量については、周知の不活性ガス融解－非分散型赤外線吸収法を用いて求める。

【0036】

以上の分析法により、ガラス被膜 11 を備えた母材鋼板 10 の化学組成（母材鋼板 10 及びガラス被膜 11 の平均化学組成）を求めることができる。

【0037】

本実施形態に係る方向性電磁鋼板は、上記の平均化学組成として、基本元素を含み、必要に応じて選択元素を含み、残部が Fe 及び不純物からなる。以下、元素に関する「％」は、特に断りがない限り、質量％を意味する。

【0038】

C：0.010％以下

炭素（C）は、選択元素である。C は、磁束密度を改善するため、スラブに必須の元素である。しかしながら、C は方向性電磁鋼板の製造工程にて鋼板から抜けていく。上記の平均化学組成として C が 0.010％を超えて残存すれば、他の元素含有量が本実施形態の範囲内であっても、C はセメンタイト（Fe₃C）を形成して、方向性電磁鋼板の鉄損を劣化する。したがって、C 含有量は 0.010％以下である。C 含有量の好ましい上限は 0.006％であり、さらに好ましくは 0.003％である。C 含有量はなるべく低い方が好ましい。したがって、C 含有量は 0％であってもよい。しかしながら、C 含有量の過度の低減は、製造コストを引き上げる。したがって、C 含有量の好ましい下限は、0％超であり、さらに好ましくは 0.001％である。

【0039】

Si : 2.5 ~ 4.0 %

シリコン (Si) は、基本元素である。Si は、鋼材の電気抵抗 (比抵抗) を高めて方向性電磁鋼板の鉄損を低減する。Si 含有量が 2.5 % 未満であれば、他の元素含有量が本実施形態の範囲内であっても、仕上げ焼鈍工程にて鋼が相変態して、二次再結晶が十分に進行しない。その結果、上記効果が十分に得られない。一方、Si 含有量が 4.0 % を超えれば、他の元素含有量が本実施形態の範囲内であっても、鋼板が脆化して、製造工程における通板性が顕著に低下する。したがって、Si 含有量は 2.5 ~ 4.0 % である。Si 含有量の好ましい下限は 2.8 % であり、さらに好ましくは 3.0 % であり、さらに好ましくは 3.2 % である。Si 含有量の好ましい上限は 3.7 % であり、さらに好ましくは 3.6 % であり、さらに好ましくは 3.5 % である。

10

【0040】

Mn : 0.01 ~ 1.00 %

マンガン (Mn) は、基本元素である。Mn は、方向性電磁鋼板の比抵抗を高めて鉄損を低減する。Mn はさらに、熱間加工性を高めて、熱間圧延における割れの発生を抑制する。Mn はさらに、S 及び / 又は Se と結合して微細な MnS 及び / 又は微細 MnSe を形成する。微細 MnS 及び微細 MnSe は、インヒビターとして活用される微細 AlN の析出核となる。そのため、微細 MnS 及び微細 MnSe の析出量が多ければ、十分な量の微細 AlN が得られる。Mn 含有量が 0.01 % 未満であれば、他の元素含有量が本実施形態の範囲内であっても、十分な量の微細 MnS 及び微細 MnSe が析出しない。一方、Mn 含有量が 1.00 % を超えれば、他の元素含有量が本実施形態の範囲内であっても、方向性電磁鋼板の磁束密度が低下し、鉄損も劣化する。したがって、Mn 含有量は 0.01 ~ 1.00 % である。Mn 含有量の好ましい下限は 0.02 % であり、さらに好ましくは 0.03 % であり、さらに好ましくは 0.05 % である。Mn 含有量の好ましい上限は 0.70 % であり、さらに好ましくは 0.50 % であり、さらに好ましくは 0.30 % であり、さらに好ましくは 0.10 % である。

20

【0041】

N : 0.010 % 以下

窒素 (N) は、選択元素である。N は、方向性電磁鋼板の製造工程中に、Al と結合して AlN を形成し、インヒビターとして機能する。したがって、N は、方向性電磁鋼板の素材であるスラブには必須の元素である。しかしながら、N は、方向性電磁鋼板の製造工程にて、鋼板から抜けていく。上記の平均化学組成として N 含有量が 0.010 % を超えれば、他の元素含有量が本実施形態の範囲内であっても、鋼板にブリスタ (空孔) が多数生成しやすくなる。ブリスタは、被膜欠陥の原因となり、方向性電磁鋼板の絶縁性を低下する。したがって、N 含有量は 0.010 % 以下である。N 含有量の好ましい上限は 0.008 % であり、さらに好ましくは 0.006 % であり、さらに好ましくは 0.004 % である。N 含有量は 0 % であってもよい。しかしながら、N 含有量の過剰な低減は困難な場合がある。したがって、N 含有量の好ましい下限は 0.001 % であり、さらに好ましくは 0.002 % である。

30

【0042】

sol. Al : 0.010 % 以下

酸可溶性アルミニウム (sol. Al) は、選択元素である。sol. Al は、方向性電磁鋼板の製造工程中に、N と結合して AlN を形成し、インヒビターとして機能する。しかしながら、sol. Al 含有量が 0.010 % を超えれば、他の元素含有量が本実施形態の範囲内であっても、Al 系介在物が鋼板中に残存する。この場合、方向性電磁鋼板の鉄損が劣化する。したがって、sol. Al 含有量は 0.010 % 以下である。sol. Al 含有量の好ましい上限は 0.008 % であり、さらに好ましくは 0.006 % である。sol. Al 含有量は 0 % であってもよい。しかしながら、Al 含有量の過剰な低減は困難な場合もある。したがって、Al 含有量の好ましい下限は 0.001 % であり、さらに好ましくは 0.002 % である。なお、本実施形態では、sol. Al は酸可溶 Al

40

50

を意味する。したがって、sol. Al含有量は、酸可溶Alの含有量である。

【0043】

insol. Al: 0.005~0.030%

酸不溶性アルミニウム (insol. Al) は、基本元素である。insol. Alは、主として、後述の仕上げ焼鈍工程にて形成されるスピネル ($MgAl_2O_4$) に由来する。insol. Al含有量が0.005%未満であれば、他の元素含有量が本実施形態の範囲内であっても、ガラス被膜11に十分なスピネルが存在しないため、ガラス被膜11の密着性が低い。一方、insol. Al含有量が0.030%を超えれば、他の元素含有量が本実施形態の範囲内であっても、スピネルが過剰に生成してしまう。この場合、スピネルはガラス被膜11と母材鋼板10との界面だけでなく、ガラス被膜11内部にも過剰に存在してしまう。ガラス被膜11の内部にスピネルが過剰に存在すれば、ガラス被膜11のひび割れ(クラック)の発生源となり、ガラス被膜11の密着性が低下する。したがって、insol. Al含有量は0.005~0.030%である。insol. Al含有量の好ましい下限は0.006%であり、さらに好ましくは0.007%であり、さらに好ましくは0.010%である。insol. Al含有量の好ましい上限は0.027%であり、さらに好ましくは0.025%であり、さらに好ましくは0.020%である。

10

【0044】

なお、sol. Al及びinsol. Alの含有量は、以下の方法にて求めればよい。sol. AlについてはJIS G1257-10-2:2013(アルミニウム定量方法-酸可溶性アルミニウム定量方法)に記載の酸可溶性アルミニウムの定量方法に準ずる。また、JIS G1257-10-1:2013(アルミニウム定量方法-酸分解フレーム法)に記載の全アルミニウム定量方法に準じて得られた全アルミニウム含有量から、上記のsol. Al含有量を差し引いた値をinsol. Al含有量と定義する。

20

【0045】

Mg: 0.05~0.20%

マグネシウム (Mg) は、ガラス被膜の構成元素(基本元素)である。そのため、Mg含有量は、0.05~0.20%であればよい。Mg含有量の好ましい上限は0.18%であり、さらに好ましくは0.16%である。Mg含有量の好ましい下限は0.08%であり、さらに好ましくは0.10%である。

30

【0046】

O: 0.05~0.40%

酸素 (O) は、ガラス被膜の構成元素(基本元素)である。そのため、O含有量は、0.05~0.40%であればよい。O含有量の好ましい上限は0.30%であり、さらに好ましくは0.25%である。O含有量の好ましい下限は0.10%であり、さらに好ましくは0.15%である。

【0047】

Ti: 0~0.020%

チタン (Ti) は、選択元素である。Tiは、ガラス被膜の生成を促進させ、被膜密着性を好ましく確保する。そのため、Ti含有量は、0~0.020%であればよい。Ti含有量の好ましい上限は0.015%であり、さらに好ましくは0.010%である。Ti含有量は0%であってもよいが、Ti含有量の好ましい下限は0.001%であり、さらに好ましくは0.003%であり、さらに好ましくは0.005%である。

40

【0048】

S: 0.010%以下

硫黄 (S) は、選択元素である。Sは、製造工程中に、Mnと結合して、インヒビターである微細MnSを形成する。そのため、Sはスラブに必須の元素である。しかしながら、Sは方向性電磁鋼板の製造工程にて鋼板から抜けていく。上記の平均化学組成としてS含有量が0.010%を超えれば、他の元素含有量が本実施形態の範囲内であっても、母材鋼板10中にMnSが残存するため、鉄損が劣化する。したがって、S含有量は0.0

50

10%以下である。S含有量の好ましい上限は0.008%であり、さらに好ましくは0.006%であり、さらに好ましくは0.004%である。S含有量は0%であってもよい。しかしながら、S含有量の過剰な低減は困難な場合がある。したがって、S含有量の好ましい下限は0.001%であり、さらに好ましくは0.002%である。

【0049】

P：0.030%以下

燐（P）は、選択元素である。Pは、圧延時における鋼板の加工性を低下する。P含有量が0.030%を超えれば、他の元素含有量が本実施形態の範囲内であっても、鋼板の加工性が顕著に低下する。したがって、P含有量は0.030%以下である。P含有量の好ましい上限は0.020%であり、さらに好ましくは0.010%である。P含有量は0%であってもよい。しかしながら、P含有量の過剰な低減は困難な場合がある。したがって、P含有量の好ましい下限は0.001%である。なお、Pは集合組織を改善し、鋼板の磁気特性を改善する。この効果を有効に発揮するためのP含有量の好ましい下限は0.002%であり、さらに好ましくは0.005%である。

【0050】

本実施形態に係る方向性電磁鋼板は、上記の平均化学組成として、不純物を含有する。ここで、不純物とは、方向性電磁鋼板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混入される元素、又は製造環境などから混入される元素、又は純化焼鈍にて完全に純化されずに鋼中に残存する元素等であって、本実施形態に係る方向性電磁鋼板に悪影響を与えない範囲で許容される元素を意味する。

【0051】

本実施形態に係る方向性電磁鋼板は、上記の平均化学組成として、残部であるFeの一部に代えて、Cr、Sn、Cu、Bi、Se、Sb、からなる群から選択される少なくとも1元素を含有してもよい。

【0052】

Cr：0～0.50%

クロム（Cr）は、選択元素である。つまり、Cr含有量は0%であってもよい。Crが含有される場合、CrはSn及びCuと同様に、ガラス被膜11の母材鋼板10への密着性を高める。Crはさらに、二次再結晶にて、ゴス方位結晶粒の集積度を高める。Crが少しでも含有されれば、上記効果がある程度得られる。しかしながら、Cr含有量が0.50%を超えれば、他の元素含有量が本実施形態の範囲内であっても、Cr酸化物が生成して、方向性電磁鋼板1の磁気特性を低下する。したがって、Cr含有量は0～0.50%である。Cr含有量の好ましい上限は0.40%であり、さらに好ましくは0.30%であり、さらに好ましくは0.20%であり、さらに好ましくは0.10%である。Cr含有量の好ましい下限は0%超であり、さらに好ましくは0.01%であり、さらに好ましくは0.03%であり、さらに好ましくは0.05%である。

【0053】

Sn：0～0.50%

スズ（Sn）は、選択元素である。つまり、Sn含有量は0%であってもよい。Snが含有される場合、SnはCr及びCuと同様に、ガラス被膜11の母材鋼板10への密着性を高める。Snが少しでも含有されれば、上記効果がある程度得られる。しかしながら、Sn含有量が0.50%を超えれば、他の元素含有量が本実施形態の範囲内であっても、方向性電磁鋼板1の製造工程中に、二次再結晶が不安定となり、その結果、方向性電磁鋼板1の磁気特性が劣化する。したがって、Sn含有量は0～0.50%である。Sn含有量の好ましい下限は0%超であり、さらに好ましくは0.01%であり、さらに好ましくは0.02%であり、さらに好ましくは0.03%である。

【0054】

Cu：0～0.50%

銅（Cu）は、選択元素である。つまり、Cu含有量は0%であってもよい。Cuが含有される場合、CuはCr及びSnと同様に、ガラス被膜11の母材鋼板10への密着性

を高める。Cuが少しでも含有されれば、上記効果がある程度得られる。しかしながら、Cu含有量が0.50%を超えれば、他の元素含有量が本実施形態の範囲内であっても、方向性電磁鋼板1の製造工程中における熱間加工性が低下する。したがって、Cu含有量は0~0.50%である。Cu含有量の好ましい下限は0%超であり、さらに好ましくは0.01%であり、さらに好ましくは0.03%であり、さらに好ましくは0.05%である。Cu含有量の好ましい上限は0.40%であり、さらに好ましくは0.30%であり、さらに好ましくは0.20%であり、さらに好ましくは0.10%である。

【0055】

Bi: 0~0.0100%

Bi (ビスマス) は、選択元素である。つまり、Bi含有量は0%であってもよい。Biが含有される場合、BiはSe及びSbと同様にインヒビターとして機能して、方向性電磁鋼板1の製造時に二次再結晶を安定化する。その結果、方向性電磁鋼板1の磁気特性が高まる。Biが少しでも含有されれば、上記効果がある程度得られる。しかしながら、Bi含有量が0.0100%を超えれば、他の元素含有量が本実施形態の範囲内であっても、ガラス被膜11の母材鋼板10に対する密着性が低下する。そのため、Biの含有量は、0~0.0100%である。Bi含有量の好ましい下限は0%超であり、さらに好ましくは0.0010%であり、さらに好ましくは0.0020%である。Bi含有量の好ましい上限は0.0090%であり、さらに好ましくは0.0070%であり、さらに好ましくは0.0050%である。

【0056】

Se: 0~0.020%

セレン (Se) は、選択元素である。つまり、Se含有量は0%であってもよい。Seが含有される場合、SeはBi及びSbと同様にインヒビターとして機能して、方向性電磁鋼板1の製造時に二次再結晶を安定化する。その結果、方向性電磁鋼板1の磁気特性が高まる。Seが少しでも含有されれば、上記効果がある程度得られる。しかしながら、Se含有量が0.020%を超えれば、他の元素含有量が本実施形態の範囲内であっても、ガラス被膜11の母材鋼板10に対する密着性が低下する。したがって、Se含有量は0~0.020%である。Se含有量の好ましい下限は0%超であり、さらに好ましくは0.001%であり、さらに好ましくは0.003%であり、さらに好ましくは0.005%である。Se含有量の好ましい上限は0.015%であり、さらに好ましくは0.010%であり、さらに好ましくは0.008%である。

【0057】

Sb: 0~0.50%

アンチモン (Sb) は、選択元素である。つまり、Sb含有量は0%であってもよい。Sbが含有される場合、SbはBi及びSeと同様にインヒビターとして機能して、方向性電磁鋼板1の製造時に二次再結晶を安定化する。その結果、方向性電磁鋼板1の磁気特性が高まる。Sbが少しでも含有されれば、上記効果がある程度得られる。しかしながら、Sb含有量が0.50%を超えれば、他の元素含有量が本実施形態の範囲内であっても、ガラス被膜11の母材鋼板10に対する密着性が低下する。したがって、Sb含有量は0~0.50%である。Sb含有量の好ましい下限は0%超であり、さらに好ましくは0.01%であり、さらに好ましくは0.03%であり、さらに好ましくは0.05%である。Sb含有量の好ましい上限は0.40%であり、さらに好ましくは0.30%であり、さらに好ましくは0.20%であり、さらに好ましくは0.10%である。

【0058】

また、本実施形態に係る方向性電磁鋼板1では、上記の平均化学組成として、質量%で、Cr: 0.01~0.50%、Sn: 0.01~0.50%、Cu: 0.01~0.50%、Bi: 0.0010~0.0100%、Se: 0.001~0.020%、及びSb: 0.01~0.50%、からなる群から選択される少なくとも1元素を含有することが好ましい。

【0059】

また、上記のように、Cr、Sn、及びCuは、ガラス被膜11の密着性を好ましく高める。そのため、上記の平均化学組成として、Cr：0.01～0.50%、Sn：0.01～0.50%、及びCu：0.01～0.50%の少なくとも1元素を含有してもよい。また、上記のように、Bi、Se、及びSbは、方向性電磁鋼板1の磁気特性を好ましく高める。そのため、上記の平均化学組成として、Bi：0.0010～0.0100%、Se：0.001～0.020%、及びSb：0.01～0.50%の少なくとも1元素を含有してもよい。

【0060】

〔ガラス被膜11について〕

ガラス被膜11は、母材鋼板10上に形成されている。ガラス被膜11は、フォスフェイト（ Mg_2SiO_4 ）を主体とする。本実施形態に係る方向性電磁鋼板では、ガラス被膜11の存在を確認するために、上記の方法にて張力付与絶縁被膜12を除去した表面に対してX線回折を行い、得られたX線回折スペクトルをPDF（Powder Diffraction File）と照合すればよい。例えば、フォスフェイト（ Mg_2SiO_4 ）の同定には、JCPDS番号：34-189を用いればよい。本実施形態では、上記X線回折スペクトルの主な構成がフォスフェイトである場合に、方向性電磁鋼板1がガラス被膜11を有すると判断する。

【0061】

例えば、ガラス被膜11中のフォスフェイトの含有量は、質量%で60.0%以上であればよい。

【0062】

ガラス被膜11の厚さは、特に限定されない。ガラス被膜11の厚さの好ましい下限は1.0 μm であり、さらに好ましくは2.0 μm である。ガラス被膜11の厚さの好ましい上限は5.0 μm であり、さらに好ましくは4.0 μm である。

【0063】

〔張力付与絶縁被膜12について〕

張力付与絶縁被膜12は、ガラス被膜11上に形成されている。張力付与絶縁被膜12は、複数の方向性電磁鋼板1を積層して使用する場合に、互いに積層された方向性電磁鋼板1同士の絶縁を担保するために、方向性電磁鋼板1の最上層に形成される。

【0064】

本実施形態に係る方向性電磁鋼板では、張力付与絶縁被膜12の存在を確認するために、方向性電磁鋼板1の最上層に対してSEM-EDS定量分析を行い、化学組成を確認すればよい。例えば、SEM-EDSの定量分析結果が、測定ノイズを除いて、Fe含有量が80原子%未満、P含有量が5原子%以上、Si含有量が20原子%未満、O含有量が50原子%以上、Mg含有量が10原子%以下である場合に、方向性電磁鋼板1が張力付与絶縁被膜12を有すると判断する。

【0065】

例えば、張力付与絶縁被膜12は、クロム酸金属塩、リン酸金属塩、コロイダルシリカ、ポリテトラフルオロエチレン、Zr化合物、Ti化合物等の無機物の少なくとも1種以上を含有する絶縁コーティング剤を塗布した後、焼き付けて形成される。絶縁コーティング剤は、リン酸化合物を主体とすればよい。例えば、絶縁コーティング剤は、リン酸化合物の割合が質量%で80%以上であればよい。

【0066】

張力付与絶縁被膜12形成用の絶縁コーティング剤は、リン酸化合物とともに、コロイダルシリカ、ポリテトラフルオロエチレンからなる群から選択される1種以上を含有してもよい。リン酸化合物はたとえば、リン酸ナトリウム、リン酸アルミニウム、リン酸マグネシウム等である。

【0067】

張力付与絶縁被膜12の厚さは、特に限定されない。張力付与絶縁被膜12の厚さの好ましい下限は0.1 μm であり、さらに好ましくは0.5 μm である。張力付与絶縁被膜

10

20

30

40

50

12の厚さの好ましい上限は10.0 μmであり、さらに好ましくは5.0 μmである。

【0068】

〔ガラス被膜11中でのスピネル(MgAl₂O₄)の局在化度合いについて〕

本実施形態に係る方向性電磁鋼板1では、ガラス被膜11内で母材鋼板10との界面近傍にスピネル(MgAl₂O₄)が局在化している。具体的には、張力付与絶縁被膜12を除去した後、ガラス被膜11の表面から深さ方向にグロー放電発光分析を実施して、Alの発光強度及びSiの発光強度を示すグロー発光分光スペクトル(AlのGDSスペクトル、SiのGDSスペクトル)を求める。ガラス被膜の表面を測定開始時刻T_sとし、AlのGDSスペクトルにてAlが最大発光強度となる時刻をT^{Al}_pと定義し、時刻T^{Al}_pでのAlの発光強度(つまり、Alの最大発光強度)をF(T^{Al}_p)と定義し、SiのGDSスペクトルにてSiが最大発光強度となる時刻をT^{Si}_pと定義し、時刻T^{Si}_pでのAlの発光強度(つまり、Siの最大発光強度の深さ位置でのAlの発光強度)をF(T^{Si}_p)と定義する。このとき、T_sと、T^{Al}_pと、F(T^{Al}_p)と、T^{Si}_pと、F(T^{Si}_p)とが、式(1)及び式(2)を満たす。

$$0.05 \leq F(T^{Si}_p) / F(T^{Al}_p) \leq 0.50 \quad \dots (式1)$$

$$2.0 \leq (T^{Al}_p - T_s) / (T^{Si}_p - T_s) \leq 5.0 \quad \dots (式2)$$

【0069】

以下、式(1)及び式(2)について説明する。

【0070】

〔式(1)について〕

本実施形態に係る方向性電磁鋼板1では、スピネル(MgAl₂O₄)がガラス被膜11内でガラス被膜11の厚さ方向に分布し、スピネルの分布がガラス被膜11内の母材鋼板10との界面近傍でピークを示す。すなわち、AlのGDSスペクトルは、ガラス被膜11内で母材鋼板10との界面近傍にピークを有する。本実施形態に係る方向性電磁鋼板1では、ガラス被膜11と母材鋼板10との界面近傍でAlのGDSスペクトルのピークがシャープであるほど、スピネルがガラス被膜11と母材鋼板10との界面に局在していることになる。

【0071】

図3は、ガラス被膜11の表面を測定開始時刻T_sとし、横軸を測定時刻(単位:秒)、縦軸を発光強度(GDS強度)(単位:arbitrary unit)とした、Al及びSiのグロー発光分光スペクトル(AlのGDSスペクトル、及び、SiのGDSスペクトル)を示す図である。図3に示している、時刻T_s、時刻T^{Al}_p、発光強度F(T^{Al}_p)、時刻T^{Si}_p、発光強度F(T^{Si}_p)を、次の通り定義する。

【0072】

測定開始時刻T_s:

グロー発光分光スペクトルでは、ガラス被膜11の表面を測定開始時刻T_sと定義する。

【0073】

時刻T^{Al}_p:

方向性電磁鋼板1の張力付与絶縁被膜12を除去した後、ガラス被膜11の表面から深さ方向にグロー放電発光分析を実施し、ガラス被膜11の表面を測定開始時刻T_sとして、測定時刻とAlの発光強度との関係を示すAlのグロー発光分光スペクトル(AlのGDSスペクトル)を求める。ここで、測定時刻は、ガラス被膜11の表面からの深さに対応する。得られたAlのGDSスペクトルに対して、発光強度の最大値と、その最大値の時刻とを特定する。特定された時刻を時刻T^{Al}_pと定義する。つまり、時刻T^{Al}_pは、Al濃度(AlのGDS強度)がピークとなる深さ位置(ガラス被膜11の表面からの深さ位置)に相当する。

【0074】

発光強度F(T^{Al}_p):

上記したAlのグロー発光分光スペクトル(AlのGDSスペクトル)で、Alの発光強度の最大値、すなわち、時刻T^{Al}_pにおけるAlの最大発光強度を、F(T^{Al}_p)と

10

20

30

40

50

定義する。

【0075】

時刻 T^{Si_p} :

方向性電磁鋼板1の張力付与絶縁被膜12を除去した後、ガラス被膜11の表面から深さ方向にグロー放電発光分析を実施し、ガラス被膜11の表面を測定開始時刻 T_s として、測定時刻と S_i の発光強度との関係を示す S_i のグロー発光分光スペクトル (S_i の GDS スペクトル) を求める。上述のとおり、測定時刻は、ガラス被膜11の表面からの深さに対応する。得られた S_i の GDS スペクトルに対して、発光強度の最大値と、その最大値の時刻とを特定する。特定された時刻を時刻 T^{Si_p} と定義する。つまり、時刻 T^{Si_p} は、 S_i 濃度 (S_i の GDS 強度) がピークとなる深さ位置 (ガラス被膜11の表面からの深さ位置) に相当する。

10

【0076】

発光強度 $F(T^{Si_p})$:

上記した A_l のグロー発光分光スペクトル (A_l の GDS スペクトル) で、時刻 T^{Si_p} に対応する A_l の発光強度を $F(T^{Si_p})$ と定義する。

【0077】

ガラス被膜11の主成分はフォスフェイト (Mg_2SiO_4) である。そのため、 S_i の GDS スペクトルは、ガラス被膜11の深さ方向の中心でピークを示す。つまり、時刻 T^{Si_p} は、ガラス被膜11の深さ方向における中心位置に相当する。つまり、 $F(T^{Si_p})$ は、ガラス被膜11の深さ方向の中央位置での A_l 濃度を意味する。

20

【0078】

$F_1 = F(T^{Si_p}) / F(T^{Al_p})$ と定義する。 F_1 は、ガラス被膜11中の A_l 濃度のピーク位置を除く領域での代表的な A_l 濃度 ($F(T^{Si_p})$) に対する、ガラス被膜11中の最大 A_l 濃度 ($F(T^{Al_p})$) の比を示しており、ガラス被膜11中でのスピネルの局在程度を示す指標である。

【0079】

F_1 が 0.05 未満である場合、ガラス被膜11中の母材鋼板10との界面近傍にスピネルが過剰に生成している。母材鋼板10との界面近傍に局在化したスピネルは、被膜密着性を高めるものの、局在化したスピネルが過剰に多ければ、ガラス被膜11と母材鋼板10との界面の平滑性が低下する (つまり凹凸が多くなる)。その結果、後述の F_2 が式 (2) を満たしていても、磁気特性が低下する。

30

【0080】

一方、 F_1 が 0.50 を超える場合、ガラス被膜11中の母材鋼板10との界面近傍ではなく、ガラス被膜11の内部にスピネルが存在している。又は、ガラス被膜11中の母材鋼板10との界面近傍にスピネルが存在するものの、スピネルの生成量が少ない。この場合、ガラス被膜11の母材鋼板10に対する被膜密着性が低下する。

【0081】

F_1 が 0.05 ~ 0.50 であれば、つまり、 F_1 が式 (1) を満たせば、ガラス被膜11にて、母材鋼板10との界面近傍にスピネルが適切な量で存在している。そのため、式 (2) を満たすことを前提として、ガラス被膜11の母材鋼板10に対する密着性が高まる。

40

【0082】

[式 (2) について]

$F_2 = (T^{Al_p} - T_s) / (T^{Si_p} - T_s)$ と定義する。図3に示すとおり、 F_2 は、 A_l 濃度のピーク位置と、 S_i 濃度のピーク位置 (つまり、ガラス被膜11の深さ方向の中心位置) との関係を示しており、ガラス被膜11中でのスピネルの局在位置を示す指標である。

【0083】

F_2 が 2.0 未満であれば、 A_l 濃度のピーク位置がガラス被膜11のうち、母材鋼板10との界面近傍よりもガラス被膜11の内部に位置する。つまり、スピネルが母材鋼板

50

10との界面近傍に局在化しておらず、ガラス被膜11の内部に存在している。この場合、F1も式(1)の上限を超えてしまい、その結果、ガラス被膜11の母材鋼板10に対する密着性が低くなる。一方、F2が5.0を超えれば、スピネルの生成量に対して、ガラス被膜11の生成量が過剰に少ない。つまり、ガラス被膜11が薄膜化している。この場合、F1が式(1)を満たしていても、磁区細分化に必要なガラス被膜11の張力が低下する。そのため、鉄損が低下し、被膜密着性も低下する。

【0084】

ガラス被膜11にてスピネルが母材鋼板10との界面近傍に適切な量で形成されていれば、ガラス被膜11の母材鋼板10に対する密着性が高まる詳細な理由については現時点では定かではない。ただ、次の事項が考えられる。母材鋼板10の表面には微細な凹凸が形成されている。ガラス被膜11のうち、母材鋼板10との界面近傍にスピネルが存在する場合、スピネルが母材鋼板10の表面の凹部に嵌入している。そのため、スピネルがアンカー効果を発揮して、ガラス被膜11の母材鋼板10に対する密着性を高めると考えられる。このメカニズムと異なるメカニズムにより、ガラス被膜11の母材鋼板10に対する密着性が高まっている可能性もある。ただ、F1が式(1)を満たし、かつ、F2が式(2)を満たせば、ガラス被膜11の母材鋼板10に対する密着性が高まることが、後述の実施例でも例証される。

【0085】

〔F1及びF2の算出方法〕

上述のF1値及びF2値は次の方法で求めることができる。始めに、方向性電磁鋼板1の板幅方向TDの中央部分から、圧延方向RDが30mm、板幅方向TDが40mm、厚さが方向性電磁鋼板1の板厚、のサンプルを採取する。採取されたサンプルから、張力付与絶縁被膜12を除去する。具体的には、方向性電磁鋼板1を、NaOH:30~50質量%及びH₂O:50~70質量%を含有し、80~90℃の水酸化ナトリウム水溶液に、7~10分間浸漬する。浸漬後の鋼板(張力付与絶縁被膜12が除去された、ガラス被膜11を備える母材鋼板10)を水洗する。水洗後、温風のブローで1分間弱、乾燥させる。以上の処理により、図4に示すとおり、母材鋼板10とガラス被膜11とを備え、張力付与絶縁被膜12が除去されたサンプルを準備する。

【0086】

サンプルのガラス被膜11の表面から深さ方向にグロー放電発光分析(GDS: Glow Discharge Spectrometry)を実施して、Al及びSiのグロー発光分光スペクトル(以下、GDSスペクトルという)を測定する。具体的には、高周波グロー発光分光装置(GD-ODS)を用いて、アルゴン雰囲気下(Ar圧力:3hPa)にて、サンプルを陰極として出力30Wの電力を印加して、ガラス被膜11の深さ方向のAlのGDSスペクトル及びSiのGDSスペクトルを測定する。測定面積を4mmφとし、測定時間は100秒とし、測定間隔を0.02秒とする。

【0087】

なお、上記のF1やF2などの算出は、測定後のGDSスペクトルをスムージングした後に実施することが好ましい。GDSスペクトルをスムージングする方法は、例えば、単純移動平均法を用いればよい。

【0088】

得られたAlのGDSスペクトルにて、Alが最大発光強度となる時刻 T^{Al}_p 、及び、時刻 T^{Al}_p でのAlの発光強度 $F(T^{Al}_p)$ を求める。

【0089】

さらに、得られたSiのGDSスペクトルにて、Siが最大発光強度となる時刻 T^{Si}_p を特定する。そして、AlのGDSスペクトルにて、時刻 T^{Si}_p でのAlの発光強度 $F(T^{Si}_p)$ を求める。なお、測定開始時刻を T_s とする。得られた時刻 T_s 、時刻 T^{Al}_p 、 $F(T^{Al}_p)$ 、時刻 T^{Si}_p 、及び、 $F(T^{Si}_p)$ を用いて、F1及びF2を求める。

【0090】

本実施形態に係る方向性電磁鋼板1は、F1が式(1)を満たし、さらに、F2が式(

10

20

30

40

50

2) を満たす。そのため、ガラス被膜 11 にて、母材鋼板 10 の界面近傍にスピネルが適切な量で局在化しており、ガラス被膜 11 の母材鋼板 10 に対する密着性が高い。

【0091】

なお、F1 が式 (1) を満たし、さらに、F2 が式 (2) を満たすとき、ガラス被膜 11 内で、スピネルが母材鋼板 10 とガラス被膜 11 との界面近傍に局在していると判断できる。

【0092】

また、ガラス被膜 11 内で、スピネルが母材鋼板 10 とガラス被膜 11 との界面近傍に局在しているか否かは、以下の特徴から判断してもよい。

【0093】

ガラス被膜の表面から深さ方向にグロー放電発光分析を実施して求めた Al 及び Fe のグロー発光分光スペクトルに関して、

Al が最大発光強度となる時刻を T^{Al}_p と定義し、

Fe 発光強度が Fe 発光強度の飽和値に対して 60% となる時刻を T^{Fe}_{60} と定義し、

Fe 発光強度が Fe 発光強度の飽和値に対して 90% となる時刻を T^{Fe}_{90} と定義したとき、

上記 T^{Al}_p と、上記 T^{Fe}_{60} と、上記 T^{Fe}_{90} とが、

$$T^{Fe}_{60} \leq T^{Al}_p \leq T^{Fe}_{90} \quad \dots (式 3)$$

を満たせばよい。

【0094】

上記の式 (1) 及び式 (2) に加えて、上記の式 (3) を満足するとき、ガラス被膜 11 内で、スピネルが母材鋼板 10 とガラス被膜 11 との界面近傍に局在していると判断できるので好ましい。なお、上記した「Fe 発光強度の飽和値」は、例えば、グロー放電発光分析の測定時間が 100 秒のときの Fe 発光強度とすればよい。

【0095】

〔製造方法〕

以下、本実施形態に係る方向性電磁鋼板 1 の製造方法の一例を説明する。なお、本実施形態に係る方向性電磁鋼板 1 は、上述の構成を有すれば、製造方法は特に限定されない。下記の製造方法は、本実施形態に係る方向性電磁鋼板 1 を製造するための一つの例であり、本実施形態に係る方向性電磁鋼板 1 の製造方法の好適な例である。

【0096】

〔製造工程フロー〕

図 5 は、本実施形態に係る方向性電磁鋼板 1 の製造方法のフロー図である。図 5 に示すように、本製造方法は、スラブに対して熱間圧延を実施する熱間圧延工程 (S1) と、熱間圧延後の鋼板 (熱延鋼板) に対して焼鈍処理を実施する熱延板焼鈍工程 (S2) と、熱延板焼鈍工程後の鋼板に対して 1 又は 2 回以上の冷間圧延 (S30) を実施する冷間圧延工程 (S3) と、冷間圧延工程後の鋼板 (冷延鋼板) に対して脱炭焼鈍を実施する脱炭焼鈍工程 (S4) と、脱炭焼鈍工程後の鋼板の表面に焼鈍分離剤を塗布する焼鈍分離剤塗布工程 (S5) と、焼鈍分離剤が塗布された鋼板に対して仕上げ焼鈍を実施して、ガラス被膜を形成する仕上げ焼鈍工程 (S6) と、仕上げ焼鈍工程後の鋼板に対して、張力付与絶縁被膜を形成する絶縁被膜形成工程 (S7) とを含む。以下、各工程 S1 ~ S7 について説明する。

【0097】

〔熱間圧延工程 (S1) 〕

熱間圧延工程 (S1) では、準備されたスラブに対して熱間圧延を実施して熱延鋼板を製造する。スラブの化学組成は、方向性電磁鋼板 1 の母材鋼板 10 及びガラス被膜 11 の平均化学組成が上述の化学組成となるように調整される。ただ、スラブの Al 含有量は 0.01 質量% 以上にする。スラブの Al 含有量が 0.01 質量% 未満では、ガラス被膜 11 にスピネルが十分に生成しない。また、スラブは周知の方法で製造する。たとえば、溶鋼を製造 (溶製) する。溶鋼を用いて、連続鑄造法により、スラブを製造する。

【0098】

準備されたスラブに対して、熱間圧延機を用いて熱間圧延を実施して鋼板（熱延鋼板）を製造する。初めに、鋼材を加熱する。たとえば、スラブを周知の加熱炉又は周知の均熱炉に装入して、加熱する。スラブの好ましい加熱温度は1100～1450℃である。加熱温度の好ましい下限は1300℃である。加熱温度の好ましい上限は1400℃である。

【0099】

加熱されたスラブに対して、熱間圧延機を用いた熱間圧延を実施して、鋼板（熱延鋼板）を製造する。熱間圧延機は、粗圧延機と、粗圧延機の下流に配置された仕上げ圧延機とを備える。粗圧延機は、1つ、又は一列に並んだ複数の粗圧延スタンドを備える。各粗圧延スタンドは、上下に配置された複数のロールを含む。粗圧延スタンドは、リバース式であってもよい。粗圧延スタンドが複数配列されている場合、粗圧延機は、タンデム式であってもよいし、リバース式であってもよい。仕上げ圧延機は、一列に並んだ仕上げ圧延スタンドを備える。各仕上げ圧延スタンドは、上下に配置される複数のロールを含む。加熱されたスラブを粗圧延機により圧延した後、さらに、仕上げ圧延機により圧延して、熱延鋼板を製造する。

【0100】

熱間圧延により製造される熱延鋼板の板厚は特に限定されず、公知の板厚とすることができる。熱延鋼板の板厚はたとえば、2.0～3.0mmである。

【0101】

〔熱延板焼鈍工程（S2）〕

熱延板焼鈍工程（S2）は任意の工程であり、実施しなくてもよい。実施する場合、熱延板焼鈍工程（S2）では、熱間圧延工程（S1）にて製造された熱延鋼板に対して焼鈍処理を実施して、熱延焼鈍鋼板とする。熱延板焼鈍工程を実施することにより、鋼板組織に再結晶が生じ、磁気特性が高まる。

【0102】

熱延板焼鈍工程（S2）は、周知の方法で実施すれば足りる。熱延鋼板の加熱方法は特に限定されず、周知の加熱方式を採用すればよい。焼鈍温度はたとえば、900～1200℃であり、焼鈍温度での保持時間はたとえば、10～300秒である。なお、熱延板焼鈍工程（S2）を実施した場合、熱延板焼鈍工程（S2）後、冷間圧延工程（S3）前に、熱延鋼板に対して酸洗処理を実施してもよい。

【0103】

〔冷間圧延工程（S3）〕

冷間圧延工程（S3）では、製造された鋼板（熱延鋼板または熱延焼鈍鋼板）に対して、1又は複数回の冷間圧延（S30）を実施する。冷間圧延（S30）は、冷間圧延機を用いて実施する。冷間圧延機は、たとえば、一列に配列された複数の冷間圧延スタンドを備えるタンデム式の圧延機であって、各冷間圧延スタンドは、複数の冷間圧延ロールを含む。冷間圧延機は、1台のリバース式の冷間圧延スタンドであってもよい。

【0104】

冷間圧延工程（S3）にて、冷間圧延は1回の冷間圧延（S30）のみ実施してもよいし、複数回の冷間圧延（S30）を実施してもよい。冷間圧延を複数回実施する場合、上記の冷間圧延機を用いて冷間圧延を実施した後、鋼板の軟化を目的とした中間焼鈍処理を実施してもよい。この場合、中間焼鈍処理後、次の冷間圧延を実施する。つまり、冷間圧延の間に、中間焼鈍処理を実施してもよい。

【0105】

冷間圧延と次の冷間圧延との間に実施する中間焼鈍処理の条件は、公知の条件で足りる。中間焼鈍処理での焼鈍温度はたとえば950～1200℃であり、焼鈍温度での保持時間は30～1800秒である。中間焼鈍処理により、前段の冷間圧延にて鋼板に導入された歪みを低減した（鋼板を軟化した）後、次段の冷間圧延を実施する。

【0106】

なお、中間焼鈍工程を実施することなく、複数の冷間圧延工程を実施する場合、製造さ

10

20

30

40

50

れた方向性電磁鋼板にて、均一な特性が得られにくい場合がある。一方、複数回の冷間圧延を実施し、かつ、各冷間圧延の間に中間焼鈍処理を実施する場合、製造された方向性電磁鋼板 1 にて、磁束密度が低くなる場合がある。したがって、冷間圧延の回数、及び、中間焼鈍処理の有無は、最終的に製造される方向性電磁鋼板 1 に要求される特性及び製造コストに応じて決定される。

【0107】

なお、冷間圧延工程では、上述のとおり、1 回の冷間圧延のみを実施してもよい。

【0108】

1 回又は複数回での冷間圧延における、好ましい累計の冷延率は 80～95%である。ここで、累計の冷延率(%)は次のとおり定義される。

冷延率(%) = [(最初の冷間圧延開始前の鋼板の板厚 - 最後の冷間圧延後の冷延鋼板の板厚) / 最初の冷間圧延開始前の鋼板の板厚] × 100

【0109】

なお、冷間圧延工程にて、1 回の冷間圧延のみを実施する場合、上記冷延率は、1 回のみの冷間圧延での冷延率である。累計の圧下率が 80%以上であれば、ゴス方位({110} <001> 方位)を有する再結晶核(ゴス核)を多数得ることができる。また、累計の圧下率が 95%以下であれば、後述の仕上げ焼鈍工程(S6)にて、二次再結晶が安定化しやすい。冷間圧延工程により製造された鋼板は、コイル状に巻き取られる。

【0110】

なお、冷延鋼板の板厚(冷間圧延工程(S3)後の板厚)は、通常、最終製品である方向性電磁鋼板 1 の板厚(ガラス被膜 11 及び張力付与絶縁被膜 12 の厚みを含めた製品板厚)とは異なる。

【0111】

上記の冷間圧延工程(S2)に際して、磁気特性をより一層向上させるために、エージング処理を実施してもよい。エージング処理は任意の処理である。エージング処理を実施する場合、複数の冷間圧延(S30)の間にエージング(焼鈍)処理を実施する。具体的には、冷間圧延(S30)を実施した後、エージング処理を実施する。そして、エージング処理後に、次の冷間圧延(S30)を実施する。エージング処理の条件は周知の条件で足りる。たとえば、エージング処理では、冷間圧延(S30)後の鋼板に対して、100～500℃の温度で 60 秒以上の熱処理を実施する。この場合、最終的に、ゴス方位が集積した良好な二次再結晶組織を得ることができる。

【0112】

[脱炭焼鈍工程(S4)]

脱炭焼鈍工程(S4)では、冷間圧延工程(S3)後の鋼板(冷延鋼板)に対して、脱炭焼鈍を実施して一次再結晶を発現させる。

【0113】

脱炭焼鈍工程(S4)は、昇温工程(S41)と、脱炭工程(S42)と、冷却工程(S43)とを含む。昇温工程(S41)では、鋼板を脱炭焼鈍温度 T_a まで加熱する。脱炭工程(S42)では、脱炭焼鈍温度 T_a まで加熱された鋼板に対して脱炭焼鈍を実施して、一次再結晶を発現させる。冷却工程(S43)では、脱炭工程(S42)後の鋼板を周知の方法で冷却する。以下、各工程の詳細を説明する。

【0114】

[昇温工程(S41)]

昇温工程では、初めに、冷間圧延工程(S3)後の鋼板を熱処理炉に装入する。本実施形態における脱炭焼鈍用の熱処理炉では、たとえば、高周波誘導加熱や通電加熱により、冷延鋼板を脱炭焼鈍温度まで制御しながら昇温する。なお、昇温工程中の雰囲気は、酸素ポテンシャル(P_{H_2O}/P_{H_2})が 0.1 以下の乾燥窒素雰囲気または乾燥窒素水素混合雰囲気である。昇温工程での酸素ポテンシャルが 0.1 超であると、Fe 系酸化物が核生成しやすい。昇温工程で核生成した Fe 酸化物は脱炭焼鈍中に成長・発達する。これらが仕上げ焼鈍中に存在すると、フォルステライト(Mg_2SiO_4)の発達を阻害する。原

10

20

30

40

50

因は不明だが、Fe酸化物は SiO_2 と MgO の固相反応を抑制する作用がある。その結果、 Mg_2SiO_4 は薄膜化し、ガラス被膜11内でスピネルが母材鋼板10との界面近傍に局在化しにくくなる。具体的には Mg_2SiO_4 中にスピネル(MgAl_2O_4)が存在するようになる。

【0115】

また、特に制限されないが、昇温速度は $2000^\circ\text{C}/\text{秒}$ 以下とし、到達温度は $700\sim 1000$ とすればよい。なお、この到達温度は、脱炭工程の脱炭焼鈍温度 T_a とは異なる温度である。

【0116】

〔脱炭工程(S42)〕

脱炭焼鈍工程(S4)における脱炭工程(S42)では、昇温工程(S41)後の鋼板を脱炭焼鈍温度 T_a で保持して、脱炭焼鈍を実施する。これにより、鋼板に一次再結晶を発生させる。脱炭工程中の雰囲気は、周知の雰囲気であり、たとえば、水素及び窒素を含有する湿潤窒素水素混合雰囲気である。脱炭焼鈍を実施することにより、鋼板中の炭素が鋼板から除去され、一次再結晶が発生する。脱炭工程での製造条件は次のとおりである。

【0117】

脱炭焼鈍温度 T_a ： $800\sim 950^\circ\text{C}$

脱炭焼鈍温度 T_a は、上述のとおり、脱炭焼鈍を実施する熱処理炉の炉温に相当し、脱炭焼鈍中の鋼板の温度に相当する。脱炭焼鈍温度 T_a が 800°C 未満であれば、一次再結晶発生後の鋼板の結晶粒が小さすぎる。この場合、仕上げ焼鈍工程(S6)にて、二次再結晶が十分に発生しない。一方、脱炭焼鈍温度 T_a が 950°C を超えれば、一次再結晶発生後の鋼板の結晶粒が大きすぎる。この場合も、仕上げ焼鈍工程(S6)にて、二次再結晶が十分に発生しない。脱炭焼鈍温度 T_a が $800\sim 950^\circ\text{C}$ であれば、一次再結晶発生後の鋼板の結晶粒が適切なサイズとなり、仕上げ焼鈍工程(S6)にて、二次再結晶が十分に発生する。

【0118】

なお、脱炭工程(S42)における、脱炭焼鈍温度 T_a での保持時間は特に限定されない。脱炭焼鈍温度 T_a での保持時間はたとえば、 $15\sim 150$ 秒である。

【0119】

〔冷却工程(S43)〕

冷却工程(S43)では、脱炭工程(S42)後の鋼板を周知の方法で常温まで冷却する。冷却方法は放冷であってもよいし、水冷であってもよい。好ましくは、脱炭工程後の鋼板を放冷する。以上の工程により脱炭焼鈍工程(S4)では、鋼板に対して脱炭焼鈍処理を実施する。

【0120】

〔焼鈍分離剤塗布工程(S5)〕

脱炭焼鈍工程(S4)後の鋼板(脱炭焼鈍鋼板)に対して、焼鈍分離剤塗布工程(S5)を実施する。焼鈍分離剤塗布工程(S5)では、鋼板表面に焼鈍分離剤を塗布する。具体的には、鋼板表面に焼鈍分離剤を含有する水性スラリーを塗布する。水性スラリーは、焼鈍分離剤に水を加えて攪拌して作製する。焼鈍分離剤は、酸化マグネシウム(MgO)を含有する。好ましくは、 MgO は焼鈍分離剤の主成分である。ここで、「主成分」とは、焼鈍分離剤中の MgO 含有量が、質量%で 80.0% 以上であることを意味する。焼鈍分離剤は、 MgO 以外に、周知の添加剤を含有してもよい。例えば、焼鈍分離剤は、Ti化合物を含有してもよい。

【0121】

焼鈍分離剤塗布工程(S5)では、鋼板の表面上に水性スラリーの焼鈍分離剤を塗布する。表面に焼鈍分離剤が塗布された鋼板を巻取り、コイル状にする。鋼板をコイル状にした後、仕上げ焼鈍工程(S6)を実施する。

【0122】

なお、鋼板表面上に水性スラリーの焼鈍分離剤を塗布し、鋼板をコイル状にした後、仕

10

20

30

40

50

上げ焼鈍工程（S 6）を実施する前に、焼付け処理を実施してもよい。焼付け処理では、コイル状の鋼板を、400～1000℃に保持した炉内に装入し、保持する（焼付け処理）。これにより、鋼板上に塗布された焼鈍分離剤が乾燥する。保持時間はたとえば10～90秒である。なお、焼付け処理を実施せずに、焼鈍分離剤が塗布されたコイル状の鋼板に対して、仕上げ焼鈍工程を実施してもよい。

【0123】

〔仕上げ焼鈍工程（S 6）〕

焼鈍分離剤塗布工程（S 5）後の鋼板に対して、仕上げ焼鈍工程（S 6）を実施して、二次再結晶を発現させる。仕上げ焼鈍工程ではさらに、二段階の焼鈍工程（低温焼鈍工程（S 6 1）及び高温焼鈍工程（S 6 2））を実施して、フォスファイトを主体とするガラス被膜11を形成し、かつ、ガラス被膜11中にて、母材鋼板10の界面近傍にスピネルを適切な量で局在化させる。二段階の焼鈍工程（低温焼鈍工程（S 6 1）及び高温焼鈍工程（S 6 2））は、熱処理炉を用いて実施する。以下、低温焼鈍工程（S 6 1）及び高温焼鈍工程（S 6 2）について説明する。

【0124】

〔低温焼鈍工程（S 6 1）〕

低温焼鈍工程（S 6 1）は、ガラス被膜11を生成するための工程である。低温焼鈍工程（S 6 1）では、始めに、コイル状の鋼板を熱処理炉に挿入して、鋼板を低温焼鈍温度T1まで昇温する。低温焼鈍温度T1で、保持時間t1保持する。なお、低温焼鈍工程（S 6 1）における炉内雰囲気は、水素及び窒素の混合雰囲気であればよい。

【0125】

低温焼鈍工程（S 6 1）での低温焼鈍温度T1（℃）、及び、保持時間t1は次のとおりである。

低温焼鈍温度T1：910～1000℃

910～1000℃での保持時間t1：50～120時間

【0126】

〔低温焼鈍温度T1について〕

910～1000℃は、ガラス被膜11の主成分であるフォスファイト（ Mg_2SiO_4 ）が生成する温度域である。

【0127】

低温焼鈍温度T1が910℃未満である場合、フォスファイトの生成（ $2MgO + SiO_2 \rightarrow Mg_2SiO_4$ ）よりも先に、アルミナ生成（ $4Al + 3SiO_2 \rightarrow 2Al_2O_3 + 3Si$ ）が起こり、その結果、高温焼鈍工程（S 6 2）後に、スピネルが、ガラス被膜11の母材鋼板10との界面近傍ではなく、ガラス被膜11内部に生成してしまう。その結果、F1が式（1）の上限を外れ、及び／又は、F2が式（2）の下限を外れる。

【0128】

低温焼鈍温度T1が1000℃を超えれば、フォスファイトの生成が不十分となり、ガラス被膜11が薄膜化してしまう。そのため、F1は式（1）を満たすものの、F2式（2）の上限を超えてしまう。その結果、磁区細分化に必要なガラス被膜11の張力が低下する。そのため、鉄損が低下し、被膜密着性も低下する。

【0129】

〔低温焼鈍温度T1での保持時間t1について〕

低温焼鈍温度T1が適切である場合、つまり、低温焼鈍温度T1が910～1000℃である場合、低温焼鈍温度T1での保持時間t1が50時間未満であれば、フォスファイトの生成が不十分となり、ガラス被膜11が薄膜化してしまう。そのため、F1は式（1）を満たすものの、F2が式（2）の上限を超えてしまう。その結果、絶縁性が低下してしまう。

【0130】

低温焼鈍温度T1が適切である場合、保持時間t1が120時間を超えれば、フォスファイトが過剰に生成し、Mgがフォスファイトに消費されてしまう。この場合、スピ

10

20

30

40

50

ネル ($MgAl_2O_3$) の生成に利用できる Mg が不足してしまい、スピネルの生成が不足する。その結果、 $F2$ は式 (2) を満たすものの、 $F1$ が式 (1) の上限を超えてしまう。

【0131】

したがって、低温焼鈍温度 $T1$ が適切である場合、つまり、低温焼鈍温度 $T1$ での保持時間 $t1$ は $50 \sim 120$ 時間である。

【0132】

低温焼鈍温度 $T1$ が $910 \sim 1000^\circ C$ であり、低温焼鈍温度 $T1$ での保持時間 $t1$ が $50 \sim 120$ 時間であれば、フォステライトが十分に生成及び成長し、ガラス被膜 11 が十分に厚くなる。その結果、後述の高温焼鈍工程 ($S62$) での条件を満たすことを前提として、ガラス被膜 11 中にて、母材鋼板 10 の界面近傍にスピネルが局在化し、 $F1$ が式 (1) を満たし、 $F2$ が式 (2) を満たす。

【0133】

なお、低温焼鈍工程 ($S61$) では、 $910 \sim 1000^\circ C$ の範囲を保持時間 $t1$ で保持すれば足りる。つまり、 $910 \sim 1000^\circ C$ の温度範囲での保持時間 $t1$ を $50 \sim 120$ 時間とすれば、保持時間 $t1$ 中の温度を一定としてもよいし、昇温又は降温してもよい。

【0134】

〔高温焼鈍工程 ($S62$) 〕

高温焼鈍工程 ($S62$) は、低温焼鈍工程 ($S61$) で生成したガラス被膜 11 中にスピネルを生成して、母材鋼板 10 の界面近傍にスピネルを局在化させるための工程である。具体的には、低温焼鈍工程 ($S61$) が終了した後、鋼板をさらに高温焼鈍温度 $T2$ まで昇温する。昇温速度は特に限定されない。その後、次に示す高温焼鈍温度 $T2$ で、保持時間 $t2$ 保持する。なお、高温焼鈍工程は、低温焼鈍工程と同じ熱処理炉で実施してもよいし、異なる熱処理炉で実施してもよい。高温焼鈍工程における炉内雰囲気は、窒素雰囲気であればよい。

【0135】

高温焼鈍温度 $T2$ ($^\circ C$) 及び $T2$ での保持時間 $t2$ (時間) は次のとおりである。

高温焼鈍温度 $T2$: $1100 \sim 1300^\circ C$

高温焼鈍温度 $T2$ での保持時間 $t2$: $20 \sim 80$ 時間

【0136】

〔高温焼鈍温度 $T2$ について〕

$1100 \sim 1300^\circ C$ は、スピネルの生成温度域である。低温焼鈍工程によって、ガラス被膜 11 が十分に形成されている。そのため、高温焼鈍工程にて、 $1100 \sim 1300^\circ C$ の温度域で保持すれば、母材鋼板 10 に含まれる Al がガラス被膜 11 と母材鋼板 10 との界面近傍に移動して、フォステライトと反応してスピネルを形成する。これにより、高温焼鈍工程中、ガラス被膜 11 のうち、母材鋼板 10 との界面近傍に、スピネルが形成され、界面近傍にスピネルが局在化する。

【0137】

高温焼鈍温度 $T2$ が $1100^\circ C$ 未満であれば、スピネルが十分に生成しない。この場合、 $F2$ は式 (2) を満たすものの、 $F1$ が式 (1) の上限を超える。

【0138】

高温焼鈍温度 $T2$ が $1300^\circ C$ を超えれば、スピネルが過剰に生成してしまい、 $F2$ は式 (2) を満たすものの、 $F1$ が式 (1) の下限未満となる。

【0139】

したがって、高温焼鈍温度 $T2$ は $1100 \sim 1300^\circ C$ である。

【0140】

〔 $1100 \sim 1300^\circ C$ での保持時間 $t2$ について〕

$1100 \sim 1300^\circ C$ での保持時間 $t2$ が 20 時間未満であれば、スピネルが十分に生成しない。この場合、 $F2$ は式 (2) を満たすものの、 $F1$ が式 (1) の上限を超える。

【0141】

1100～1300℃での保持時間 t_2 が80時間を超えれば、スピネルが過剰に生成してしまい、F2は式(2)を満たすものの、F1が式(1)の下限未達となる。

【0142】

したがって、1100～1300℃での保持時間 t_2 は20～80時間である。

【0143】

高温焼鈍温度 T_2 が1100～1300℃であり、かつ、高温焼鈍温度 T_2 での保持時間 t_2 が20～80時間であれば、ガラス被膜11にて、母材鋼板10との界面近傍にスピネルが十分に成長し、界面近傍にスピネルが局在化する。そのため、F1が式(1)を満たし、F2が式(2)を満たす。

【0144】

なお、高温焼鈍工程(S62)では、高温焼鈍温度 T_2 を一定として保持時間 t_2 保持してもよいし、1100～1300℃の範囲を焼鈍しながら保持時間 t_2 保持してもよい。1100～1300℃の温度範囲での保持時間 t_2 を20～80時間とすれば、保持時間 t_2 中の温度を一定としてもよいし、昇温又は降温してもよい。

【0145】

好ましくは、高温焼鈍工程(S62)を実施した後であって、絶縁被膜形成工程(S7)前に、純化焼鈍工程を実施してもよい。純化焼鈍工程を実施すれば、磁性がさらに改善する。純化焼鈍工程では、水素雰囲気下にて、焼鈍温度を1000～1300℃として、保持時間を10時間以上とする。純化焼鈍工程により、母材鋼板10の化学組成の各元素が鋼中成分からある程度取り除かれる。特に、鉄損に影響する、S、Al、N等の残留元素は大幅に取り除かれる。

【0146】

〔絶縁被膜形成工程(S7)〕

本実施形態に係る方向性電磁鋼板1の製造方法ではさらに、仕上げ焼鈍工程(S6)後に、絶縁被膜形成工程(S7)を実施する。絶縁被膜形成工程(S7)では、仕上げ焼鈍工程(S6)の冷却後の方向性電磁鋼板1の表面(ガラス被膜11上)に、コロイド状シリカ及びリン酸塩を主体とする絶縁コーティング剤を塗布した後、焼付けを実施する。これにより、ガラス被膜上に、張力付与絶縁被膜12が形成される。

【0147】

ここで、鋼板の表面に形成される張力付与絶縁被膜12は、方向性電磁鋼板1の張力付与絶縁被膜として用いられるものであれば、特に限定されるものではなく、公知の張力付与絶縁被膜を用いることが可能である。このような張力付与絶縁被膜として、例えば、無機物を主体とし、さらに有機物を含んだ複合絶縁被膜を挙げることができる。ここで、複合絶縁被膜とは、例えば、クロム酸金属塩、リン酸金属塩又はコロイダルシリカ、Zr化合物、Ti化合物等の無機物の少なくともいずれかを主体とし、微細な有機樹脂の粒子が分散している絶縁被膜である。特に、リン酸金属塩、Zr、Tiのカップリング剤、又は、これらの炭酸塩やアンモニウム塩を用いた張力付与絶縁被膜が好ましい。また、絶縁被膜形成工程(S7)に続いて、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、さらに鉄損を低減させることができる。

【0148】

以上の製造工程により製造される方向性電磁鋼板1では、F1が式(1)を満たし、F2が式(2)を満たし、ガラス被膜11中にて、母材鋼板10との界面近傍にスピネルを局在化させることができる。その結果、ガラス被膜11の母材鋼板10に対する密着性が高まる。

【0149】

特に、上記の製造方法では、本実施形態に係る方向性電磁鋼板1を製造するために、熱間圧延工程(S1)で用いるスラブのAl含有量を0.01質量%以上とし、脱炭焼鈍工程(S4)の昇温工程(S41)で酸素ポテンシャル(P_{H_2O}/P_{H_2})を0.1以下とし、且つ仕上げ焼鈍工程(S6)の低温焼鈍工程(S61)及び高温焼鈍工程(S62)で焼鈍条件を制御することが重要となる。

【0150】

〔その他の製造工程〕

なお、本実施形態に係る方向性電磁鋼板1は、脱炭焼鈍工程（S4）後、焼鈍分離剤塗布工程（S5）前に、窒化処理工程を実施してもよい。窒化処理工程では、脱炭焼鈍工程（S4）後の鋼板に対して、窒化処理を実施して、窒化処理鋼板を製造する。窒化処理工程は周知の条件で実施すれば足りる。好ましい窒化処理条件はたとえば、次のとおりである。

【0151】

窒化処理温度：700～850℃

窒化処理炉内の雰囲気（窒化処理雰囲気）：水素、窒素及びアンモニア等の窒化能を有するガスを含有する雰囲気。

10

【0152】

窒化処理温度が700℃以上、又は、窒化処理温度が850℃未満であれば、窒化処理にて、窒素が鋼板中に侵入しやすい。この場合、窒化処理工程にて鋼板内部の窒素量が十分となる。そのため、二次再結晶直前での微細A1Nが十分に得られる。その結果、仕上げ焼鈍工程（S6）にて二次再結晶が十分に発現する。なお、窒化処理工程における、窒化処理温度での保持時間は特に限定されないが、たとえば、10～60秒である。

【0153】

〔磁区細分化処理工程〕

本実施形態に係る方向性電磁鋼板1はさらに、必要に応じて、仕上げ焼鈍工程（S6）又は絶縁被膜形成工程（S7）後に、磁区細分化処理工程を実施してもよい。磁区細分化処理工程では、方向性電磁鋼板1の表面に、磁区細分化効果のあるレーザ光を照射したり、表面に溝を形成したりする。この場合、さらに磁気特性に優れる方向性電磁鋼板1が製造できる。

20

【実施例1】

【0154】

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詳細に説明するが、実施例での条件は、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一条件例であり、本発明は、この一条件例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では、種々の条件を採用し得るものである。

30

【0155】

〔各試験番号の方向性電磁鋼板の製造〕

基本的な化学組成として、質量％で、C：0.03～0.10％、Si：3.0～3.5％、sol.Al：0.2～0.3％、Mn：0.02～0.90％、N：0.005～0.03％、S：0.005～0.03％、P：0.005～0.03％を含有し、残部がFe及び不純物を有するスラブを製造した。

【0156】

上記スラブに対して熱間圧延工程を実施した。具体的には、スラブを1350℃に加熱した後、スラブに対して熱間圧延を実施して、板厚2.3mmの熱延鋼板を製造した。熱間圧延工程後の熱延鋼板に対して、900～1200℃の焼鈍温度で、保持時間10～300秒の熱延板焼鈍工程を実施した。その後、冷間圧延工程を実施して、板厚0.19～0.23mmの冷延鋼板（母材鋼板）を製造した。

40

【0157】

冷延鋼板に対して、脱炭焼鈍工程を実施した。脱炭焼鈍工程では、脱炭焼鈍温度Taを800～950℃として、脱炭焼鈍温度Taにて100秒保持した。脱炭焼鈍工程後、酸化マグネシウム（MgO）を主成分とし、必要に応じてTi化合物を含有する焼鈍分離剤を鋼板表面に塗布して、仕上げ焼鈍工程を実施した。

【0158】

仕上げ焼鈍工程の冷却後の方向性電磁鋼板の表面（ガラス被膜上）に、コロイダルシリカ及びリン酸金属塩を主体とする絶縁コーティング剤を塗布した後、焼付けを実施した。

50

以上の工程により、各試験番号の方向性電磁鋼板を製造した。

【0159】

詳細な製造条件および製造結果を、表1～表6に示す。表中に示す「－」は、化学組成に関しては、含有量を意識した制御および製造をしておらず、含有量の測定を実施していないことを示し、製造条件および評価結果に関しては、制御または評価を実施していないことを示す。

【0160】

なお、表4～表6に示すように、試験番号1～56、58、59、及び63～66では、仕上げ焼鈍工程にて低温焼鈍工程及び高温焼鈍工程の両方を実施した。一方、試験番号57及び60～62では、高温焼鈍工程を実施したものの、低温焼鈍工程を実施しなかった。

10

【0161】

また、表4～表6に示すように、試験番号1～59及び61～66では、脱炭焼鈍工程の昇温工程で冷延鋼板を制御して昇温した。一方、試験番号60では、脱炭焼鈍工程の昇温工程（S41）を実施することなく（冷延鋼板の昇温条件を制御することなく）、脱炭工程（S42）のための熱処理炉に冷延鋼板を投入して脱炭焼鈍温度 T_a まで加熱した。

【0162】

また、表には示さないが、試験番号1～62、65、及び66では、スラブのAl含有量が0.01質量%以上であった。一方、試験番号63及び64では、スラブのAl含有量が0.01質量%未満であった。

20

【0163】

以上の製造方法で製造された方向性電磁鋼板に対して、次の評価を実施した。

【0164】

〔方向性電磁鋼板のうち、張力付与絶縁被膜を除去した後の、ガラス被膜を備えた母材鋼板の化学組成分析〕

各試験番号の方向性電磁鋼板のうち、張力付与絶縁被膜を除去した後の、ガラス被膜を備えた母材鋼板の化学組成（母材鋼板及びガラス被膜の平均化学組成）を次の方法により分析した。

【0165】

始めに、方向性電磁鋼板から、上述の方法により、張力付与絶縁被膜を除去した。具体的には、方向性電磁鋼板を、NaOH：30～50質量%及び H_2O ：50～70質量%を含有し、80～90℃の水酸化ナトリウム水溶液に、7～10分間浸漬した。浸漬後の鋼板（張力付与絶縁被膜が除去された、ガラス被膜を備えた母材鋼板）を水洗した。水洗後、温風のプロアーで1分間弱、乾燥させた。以上の処理により、張力付与絶縁被膜が除去され、ガラス被膜を備えた母材鋼板が得られた。

30

【0166】

張力付与絶縁被膜を除去した後の、ガラス被膜を備えた母材鋼板に対して、周知の成分分析法を実施した。具体的には、ドリルを用いて、ガラス被膜を備えた母材鋼板から切粉を生成し、その切粉を採取した。採取された切粉を酸に溶解させて溶液を得た。溶液に対して、ICP-AESを実施して、化学組成の元素分析を実施した。

40

【0167】

ガラス被膜を備えた母材鋼板の化学組成中のSiについては、JIS G1212（1997）に規定の方法（けい素定量方法）により求めた。具体的には、上述の切粉を酸に溶解させると、酸化ケイ素が沈殿物として析出する。この沈殿物（酸化ケイ素）をろ紙で濾し取り、質量を測定して、Si含有量を求めた。

【0168】

C含有量及びS含有量については、周知の高周波燃焼法（燃焼－赤外線吸収法）により求めた。具体的には、上述の溶液を酸素気流中で高周波誘導加熱により燃焼して、発生した二酸化炭素、二酸化硫黄を検出し、C含有量及びS含有量を求めた。

【0169】

50

N含有量については、周知の不活性ガス溶融－熱伝導度法を用いて求めた。O含有量については、周知の不活性ガス融解－非分散型赤外線吸収法を用いて求めた。

【0170】

以上の分析法により求めたガラス被膜を備えた母材鋼板の化学組成（母材鋼板及びガラス被膜の平均化学組成）を、表1～表3に示す。

【0171】

〔F1値測定試験〕

各試験番号の方向性電磁鋼板の板幅方向TDの中央部分から、圧延方向RDに30mm、板幅方向TDの40mm、厚さが方向性電磁鋼板の板厚、のサンプルを採取した。採取されたサンプルから、張力付与絶縁被膜を除去した。具体的には、方向性電磁鋼板を、NaOH：30～50質量%及びH₂O：50～70質量%を含有し、80～90℃の水酸化ナトリウム水溶液に、7～10分間浸漬した。浸漬後の方向性電磁鋼板を水洗し、その後、温風のブローで1分間弱、乾燥させた。以上の方法により、母材鋼板とガラス被膜とを備え、張力付与絶縁被膜が除去されたサンプルを作成した。

【0172】

サンプルのガラス被膜の表面から深さ方向にグロー放電発光分析を実施して、Al、Si、及びFeのGDSスペクトルを測定した。具体的には、高周波グロー発光分光装置（GD-ODS、リガク製、GDA750）を用いて、アルゴン雰囲気下（Ar圧力：3hPa）にて、サンプルを陰極として出力30Wの電力を印加して、ガラス被膜の深さ方向のAlのGDSスペクトルと、SiのGDSスペクトルと、FeのGDSスペクトルとを測定した。測定面積を4mmφ、測定時間を100秒、測定間隔を0.02秒とした。

【0173】

得られたGDSスペクトルを、単純移動平均法によってスムージングした。

【0174】

得られたAlのGDSスペクトルを用いて、時刻 T^{Al}_p 、及び、 $F(T^{Al}_p)$ を求めた。同様に、得られたSiのGDSスペクトルを用いて、時刻 T^{Si}_p を求め、AlのGDSスペクトルを用いて、時刻 T^{Si}_p でのAlの発光強度 $F(T^{Si}_p)$ を求めた。なお、測定開始時刻を T_s とした。得られた時刻 T_s 、時刻 T^{Al}_p 、発光強度 $F(T^{Al}_p)$ 、時刻 T^{Si}_p 、及び、発光強度 $F(T^{Si}_p)$ を用いて、F1及びF2を求めた。得られたF1値及びF2値を表4～表6に示す。

【0175】

なお、表には示さないが、得られたFeのGDSスペクトルを用いて、時刻 T^{Fe}_{60} 、及び、時刻 T^{Fe}_{90} も求めた。

【0176】

〔磁束密度B8及び鉄損 $W_{17/50}$ の測定〕

各試験番号の方向性電磁鋼板の板幅中央位置を含む、幅60mm×長さ300mmのサンプルを採取した。サンプルの長さは、圧延方向に平行であった。採取されたサンプルを用いて、JIS C2556（2011）に準拠して、単板磁気特性試験（SST試験）により、磁束密度B8（T）を求めた。具体的には、サンプルに800A/mの磁場を付与して、磁束密度（T）を求めた。測定結果を表4～表6に示す。なお、磁束密度B8が、1.90T以上である場合を合格と判断した。

【0177】

さらに、上記サンプルを用いて、JIS C2556（2011）に準拠して、周波数を50Hz、最大磁束密度を1.7Tとしたときの鉄損 $W_{17/50}$ （W/kg）を測定した。測定結果を表4～表6に示す。なお、鉄損 $W_{17/50}$ が、0.85W/kg未満である場合を合格と判断した。

【0178】

〔ガラス被膜密着性評価試験〕

各試験番号の方向性電磁鋼板の板幅中央位置から、圧延方向に80mm×板幅方向に30mmのサンプルを採取した。採取したサンプルを、直径20mmの円筒に巻き付けて1

10

20

30

40

50

80°曲げた。その後、曲げたサンプルを元の平坦な状態に戻した。平坦な状態に戻した後、剥離せずに残っているガラス被膜の総面積を求めた。求めたガラス被膜の総面積を用いて、以下の式により、ガラス被膜残存率（面積％）を求めた。

ガラス被膜残存率（面積％）＝剥離せずに残ったガラス被膜の総面積／サンプルの総面積（80mm×30mm）×100

【0179】

得られたガラス被膜残存率に応じて、ガラス被膜の密着性を、次のとおり評価した。

Very Good（優れる）：被膜残存面積率が90％以上

Good（やや優れる）：被膜残存面積率が85％以上90％未満

Fair（効果がある）：被膜残存面積率が80％以上85％未満

No Good（効果がない）：被膜残存面積率が80％未満

評価結果を表4～表6に示す。なお、ガラス被膜残存率が、Very Good、Good、及びFairである場合を合格と判断した。

【0180】

なお、磁束密度B8が1.90T未満、又は鉄損 $W_{17/50}$ が0.85以上となった試験番号については、磁気特性を不合格とし、被膜密着評価試験を実施しなかった。

【0181】

〔評価結果〕

表1～表6に示すように、試験番号1～50は、平均化学組成が適切であり、製造条件も適切であった。その結果、磁気特性及びガラス被膜密着性に優れた。また、表には示さないが、試験番号1～50では、GDSスペクトルが、 $T^{Fe}_{60} \leq T^{Al}_p \leq T^{Fe}_{90}$ を満たしていた（ $T^{Si}_p \leq T^{Al}_p \leq T^{Fe}_{90}$ となっていた）。

【0182】

なお、試験番号1～50のうち、試験番号18～25、39～50では、試験番号1～17、26～38と比較して、F1が低く、0.05～0.30の範囲内であった。その結果、試験番号18～25、39～50のガラス被膜密着性評価試験の評価はいずれもG又はVGであり、試験番号1～17、26～38の評価結果（F）よりも良好であった。

【0183】

さらに、試験番号18～25、39～50のうち、試験番号22～25、44～50のF1は0.05～0.12の範囲内であり、試験番号18～21、39～43のF1は0.13～0.30の範囲内であった。その結果、試験番号22～25、44～50のガラス被膜密着性評価試験の評価はいずれもVGであり、試験番号18～21、39～43の評価結果（G）よりも良好であった。

【0184】

一方、試験番号51～66は、平均化学組成又は製造条件の何れかが好ましくなかった。その結果、磁気特性及び／又はガラス被膜密着性を満たさなかった。

【0185】

試験番号51では、仕上げ焼鈍工程の低温焼鈍工程にて、低温焼鈍温度T1（＝910～1000℃）での保持時間t1が短すぎた。そのため、F1は式（1）を満たしたものの、F2が式（2）の上限を超えた。その結果、鉄損 $W_{17/50}$ が0.85以上となり、磁気特性が低かった。

【0186】

試験番号52では、仕上げ焼鈍工程の低温焼鈍工程にて、低温焼鈍温度T1（＝910～1000℃）での保持時間t1が長すぎた。そのため、F2は式（2）を満たすものの、F1は式（1）の上限を超えた。その結果、ガラス被膜密着性がNo Goodであり、ガラス被膜の母材鋼板に対する密着性が低かった。

【0187】

試験番号53では、仕上げ焼鈍工程の高温焼鈍工程にて、高温焼鈍温度T2が低すぎた。そのため、F2は式（2）を満たすものの、F1は式（1）の上限を超えた。その結果、ガラス被膜密着性がNo Goodであり、ガラス被膜の母材鋼板に対する密着性が低か

10

20

30

40

50

った。

【0188】

試験番号54では、仕上げ焼鈍工程の高温焼鈍工程にて、高温焼鈍温度 T_2 が高すぎた。そのため、 F_1 が式(1)の下限未満となった。その結果、鉄損 $W_{17/50}$ が0.85以上となり、磁気特性が低かった。

【0189】

試験番号55では、高温焼鈍温度 T_2 (=1100~1300℃)での保持時間 t_2 が短すぎた。そのため、 F_1 が式(1)の上限を超えた。その結果、ガラス被膜密着性評価試験ではいずれもNGであり、ガラス被膜の母材鋼板に対する密着性が低かった。

【0190】

試験番号56では、高温焼鈍温度 T_2 (=1100~1300℃)での保持時間 t_2 が長すぎた。そのため、 F_1 が式(1)の下限未満となった。その結果、鉄損 $W_{17/50}$ が0.85以上となり、磁気特性が低かった。

【0191】

試験番号57では、低温焼鈍工程を実施しなかった。そのため、 F_1 は式(1)を満たしたものの、 F_2 が式(2)の上限を超えた。その結果、鉄損 $W_{17/50}$ が0.85以上となり、磁気特性が低かった。

【0192】

試験番号58では、低温焼鈍工程での低温焼鈍温度 T_1 が低すぎた。そのため、 F_1 が式(1)の上限を超え、 F_2 が式(2)の下限未満となった。その結果、磁束密度 B_8 が1.90T未満となり、さらに、鉄損 $W_{17/50}$ が0.85以上となり、磁気特性が低かった。

【0193】

試験番号59では、低温焼鈍工程での低温焼鈍温度 T_1 が高すぎた。そのため、 F_1 は式(1)を満たしたものの、 F_2 が式(2)の上限を超えた。その結果、鉄損 $W_{17/50}$ が0.85以上となり、磁気特性が低かった。

【0194】

試験番号60では、脱炭焼鈍工程の昇温工程を実施しなかった(冷延鋼板の昇温条件を制御しなかった)。その結果、鉄損 $W_{17/50}$ が0.85以上となり、磁気特性が低かった。

【0195】

試験番号61では、脱炭焼鈍工程の昇温工程で、酸素ポテンシャル(P_{H_2O}/P_{H_2})が0.1超であった。その結果、磁束密度 B_8 が1.90T未満となり、さらに、鉄損 $W_{17/50}$ が0.85以上となり、磁気特性が低かった。

【0196】

試験番号62では、脱炭焼鈍工程の昇温工程で、酸素ポテンシャル(P_{H_2O}/P_{H_2})が0.1超であった。その結果、磁束密度 B_8 が1.90T未満となり、さらに、鉄損 $W_{17/50}$ が0.85以上となり、磁気特性が低かった。

【0197】

試験番号63では、脱炭焼鈍工程の昇温工程で酸素ポテンシャル(P_{H_2O}/P_{H_2})が0.1超であり、低温焼鈍工程での低温焼鈍温度 T_1 が低すぎ、高温焼鈍工程での保持時間 t_2 が短すぎた。また、スラブのAl含有量が0.01質量%未満であったため、方向性電磁鋼板の母材鋼板及びガラス被膜の平均化学組成でinsol. Al含有量が0.005質量%未満であった。その結果、磁束密度 B_8 が1.90T未満となり、さらに、鉄損 $W_{17/50}$ が0.85以上となり、磁気特性が低かった。

【0198】

試験番号64では、脱炭焼鈍工程の昇温工程で酸素ポテンシャル(P_{H_2O}/P_{H_2})が0.1超であり、低温焼鈍工程での低温焼鈍温度 T_1 が低すぎ、高温焼鈍工程での保持時間 t_2 が短すぎた。また、スラブのAl含有量が0.01質量%未満であったため、方向性電磁鋼板の母材鋼板及びガラス被膜の平均化学組成でinsol. Al含有量が0.0

10

20

30

40

50

0.5質量%未満であった。その結果、磁束密度B₈が1.90T未満となり、さらに、鉄損W_{17/50}が0.85以上となり、磁気特性が低かった。

【0199】

試験番号65では、脱炭焼鈍工程の昇温工程で、酸素ポテンシャル(P_{H2O}/P_{H2})が0.1超であった。その結果、鉄損W_{17/50}が0.85以上となり、磁気特性が低かった。

【0200】

試験番号66では、低温焼鈍工程での低温焼鈍温度T₁が低すぎた。その結果、磁束密度B₈が1.90T未満となり、さらに、鉄損W_{17/50}が0.85以上となり、磁気特性が低かった。

【0201】

10

20

30

40

50

【表 1】

試験 番号	製造結果 平均化学組成(単位:質量%、残部:Feおよび不純物)																			
	C	Si	Mn	N	sol.Al	insol.Al	Mg	O	Ti	S	P	Sn	Cr	Cu	Bi	Se	Sb			
1	0.008	3.3	0.02	0.008	0.002	0.012	0.07	0.09	—	0.007	0.013	—	—	—	—	—	—			
2	0.003	2.9	0.02	0.007	0.005	0.012	0.07	0.09	0.016	0.007	0.012	—	—	—	—	—	—			
3	0.002	3.9	0.02	0.007	0.003	0.011	0.10	0.16	0.017	0.007	0.010	—	—	—	—	—	—			
4	0.003	3.3	0.80	0.007	0.010	0.013	0.11	0.18	0.018	0.008	0.015	—	—	—	—	—	—			
5	0.002	3.3	0.80	0.008	0.006	0.006	0.11	0.16	0.018	0.008	0.013	—	—	—	—	—	—			
6	0.003	3.2	0.80	0.008	0.003	0.028	0.10	0.17	0.015	0.007	0.016	—	—	—	—	—	—			
7	0.001	3.2	0.75	0.009	0.006	0.014	0.12	0.18	0.016	0.007	0.018	—	—	—	—	—	—			
8	0.003	3.2	0.02	0.007	0.004	0.011	0.11	0.16	0.015	0.007	0.019	—	—	—	—	—	—			
9	0.002	3.2	0.90	0.007	0.006	0.022	0.10	0.18	0.017	0.008	0.017	—	—	—	—	—	—			
10	0.002	3.2	0.60	0.007	0.007	0.023	0.12	0.18	0.017	0.009	0.016	—	—	—	—	—	—			
11	0.003	3.3	0.04	0.007	0.005	0.022	0.12	0.16	0.018	0.007	0.014	—	—	—	—	—	—			
12	0.001	3.3	0.40	0.007	0.005	0.022	0.11	0.16	0.017	0.007	0.017	—	—	—	—	—	—			
13	0.001	3.3	0.08	0.005	0.006	0.019	0.11	0.16	0.016	0.004	0.005	—	—	—	—	—	—			
14	0.002	3.3	0.05	0.003	0.005	0.019	0.10	0.17	0.015	0.004	0.005	—	0.40	—	—	—	—			
15	0.001	3.4	0.05	0.006	0.002	0.015	0.11	0.16	0.018	0.006	0.003	0.45	—	—	—	—	—			
16	0.003	3.3	0.15	0.003	0.003	0.016	0.12	0.18	0.016	0.005	0.004	—	—	0.02	—	—	—			
17	0.003	3.2	0.15	0.006	0.002	0.015	0.11	0.18	0.016	0.006	0.007	—	—	—	—	—	—			
18	0.002	3.4	0.08	0.005	0.001	0.018	0.11	0.16	0.003	0.006	0.006	0.30	0.15	—	—	—	—			
19	0.002	3.5	0.05	0.003	0.003	0.015	0.12	0.17	0.003	0.004	0.008	0.10	0.05	0.07	0.0003	—	—			
20	0.001	3.5	0.08	0.004	0.004	0.015	0.11	0.17	0.004	0.004	0.005	0.05	0.10	—	—	—	—			
21	0.002	3.5	0.20	0.004	0.003	0.017	0.10	0.18	0.004	0.004	0.006	0.02	—	0.05	0.0080	—	—			
22	0.001	3.3	0.08	0.006	0.002	0.018	0.11	0.17	0.007	0.003	0.007	0.05	0.02	0.10	—	—	—			

【 0 2 0 2 】

10

20

30

40

50

【表 2】

試験 番号	製造結果													
	平均化学組成(単位:質量%、残部:Feおよび不純物)													
	C	Si	Mn	N	sol.Al	insol.Al	Mg	O	Ti	S	P	Sn	Cr	Cu
23	0.001	3.5	0.20	0.005	0.005	0.017	0.10	0.17	0.006	0.004	0.005	0.02	0.02	0.02
24	0.002	3.5	0.30	0.004	0.003	0.017	0.11	0.16	0.007	0.004	0.008	0.02	0.01	0.50
25	0.001	3.5	0.30	0.005	0.005	0.017	0.10	0.19	0.005	0.004	0.007	0.02	0.01	0.10
26	0.001	3.4	0.03	0.006	0.002	0.018	0.19	0.35	—	0.005	0.015	—	—	—
27	0.002	3.0	0.03	0.006	0.002	0.015	0.18	0.26	0.019	0.006	0.014	—	—	—
28	0.002	3.9	0.03	0.006	0.001	0.013	0.13	0.23	0.016	0.009	0.011	—	—	—
29	0.002	3.3	0.75	0.008	0.003	0.005	0.14	0.19	0.018	0.009	0.015	—	—	—
30	0.002	3.2	0.74	0.007	0.002	0.008	0.14	0.18	0.017	0.009	0.018	—	—	—
31	0.002	3.1	0.79	0.007	0.002	0.029	0.15	0.19	0.018	0.009	0.014	—	—	—
32	0.002	3.3	0.76	0.008	0.002	0.013	0.13	0.19	0.018	0.008	0.013	—	—	—
33	0.001	3.2	0.04	0.008	0.001	0.011	0.13	0.18	0.002	0.008	0.017	—	—	—
34	0.002	3.3	0.88	0.008	0.001	0.025	0.12	0.16	0.001	0.009	0.015	—	—	—
35	0.002	3.2	0.59	0.006	0.002	0.024	0.16	0.21	0.002	0.009	0.013	—	—	—
36	0.001	3.2	0.03	0.007	0.002	0.024	0.11	0.22	0.002	0.008	0.015	—	—	—
37	0.001	3.3	0.38	0.008	0.003	0.022	0.13	0.18	0.001	0.008	0.016	—	—	—
38	0.001	3.2	0.09	0.006	0.003	0.022	0.12	0.22	0.001	0.006	0.006	—	—	—
39	0.001	3.2	0.06	0.004	0.002	0.020	0.12	0.19	0.004	0.006	0.004	—	0.41	—
40	0.001	3.4	0.06	0.005	0.002	0.016	0.12	0.18	0.004	0.007	0.004	0.43	—	—
41	0.001	3.2	0.16	0.005	0.002	0.016	0.11	0.16	0.011	0.007	0.004	—	—	0.01
42	0.002	3.2	0.17	0.006	0.002	0.016	0.15	0.19	0.013	0.007	0.006	—	—	—
43	0.002	3.3	0.09	0.006	0.002	0.016	0.15	0.18	0.013	0.007	0.006	0.28	0.17	—
44	0.002	3.4	0.06	0.004	0.003	0.016	0.11	0.22	0.005	0.006	0.006	0.09	0.06	0.05

【 0 2 0 3 】

10

20

30

40

50

【表 3】

試験 番号	製造結果 平均化学組成(単位:質量%, 残部:Feおよび不純物)																
	C	Si	Mn	N	sol.Al	insol.Al	Mg	O	Ti	S	P	Sn	Cr	Cu	Bi	Se	Sb
45	0.001	3.5	0.07	0.003	0.001	0.018	0.13	0.19	0.006	0.006	0.005	0.06	0.09	—	—	—	—
46	0.001	3.4	0.22	0.003	0.002	0.018	0.10	0.18	0.006	0.007	0.006	0.03	—	0.05	0.0050	—	—
47	0.001	3.2	0.09	0.005	0.002	0.017	0.12	0.22	0.005	0.005	0.005	0.06	0.01	0.08	—	—	—
48	0.001	3.2	0.21	0.007	0.002	0.018	0.13	0.21	0.007	0.005	0.006	0.01	0.01	0.01	—	0.003	0.07
49	0.002	3.3	0.28	0.003	0.001	0.016	0.12	0.19	0.008	0.006	0.006	0.01	0.03	0.45	—	0.003	0.07
50	0.001	3.4	0.28	0.003	0.002	0.018	0.13	0.20	0.008	0.004	0.008	0.01	0.02	0.08	0.0011	0.003	0.05
51	0.008	3.3	0.02	0.008	0.002	0.012	0.09	0.15	0.005	0.007	0.013	—	—	—	—	—	—
52	0.003	2.9	0.02	0.007	0.005	0.012	0.13	0.21	0.006	0.007	0.012	—	—	—	—	—	—
53	0.003	2.9	0.02	0.007	0.005	0.012	0.11	0.18	0.006	0.007	0.012	—	—	—	—	—	—
54	0.008	3.3	0.02	0.008	0.002	0.012	0.12	0.16	0.005	0.007	0.013	—	—	—	—	—	—
55	0.003	2.9	0.02	0.007	0.005	0.012	0.13	0.23	0.007	0.007	0.012	—	—	—	—	—	—
56	0.008	3.3	0.02	0.008	0.002	0.012	0.12	0.20	0.005	0.007	0.013	—	—	—	—	—	—
57	0.003	2.9	0.02	0.007	0.005	0.012	0.08	0.15	0.006	0.007	0.012	—	—	—	—	—	—
58	0.008	3.3	0.02	0.008	0.002	0.012	0.09	0.16	0.008	0.007	0.013	—	—	—	—	—	—
59	0.003	2.9	0.02	0.007	0.005	0.012	0.08	0.14	0.008	0.007	0.012	—	—	—	—	—	—
60	0.001	3.3	0.08	0.005	0.002	0.010	0.10	0.13	0.006	0.005	0.010	0.10	—	0.08	—	—	—
61	0.001	3.3	0.08	0.005	0.002	0.009	0.10	0.14	0.005	0.005	0.010	0.10	—	0.08	—	—	—
62	0.001	3.3	0.08	0.005	0.002	0.009	0.09	0.13	0.007	0.005	0.010	0.10	—	0.08	—	—	—
63	0.001	3.2	0.07	0.0005	0.0001	0.004	0.11	0.01	0.009	0.0004	0.030	0.03	0.05	—	—	0.0001	0.02
64	0.001	3.2	0.05	0.0004	0.0002	0.003	0.11	0.01	0.008	0.0005	0.010	0.01	0.01	—	—	0.0002	0.01
65	0.008	3.3	0.02	0.008	0.002	0.012	0.08	0.15	0.007	0.007	0.013	—	—	—	—	—	—
66	0.008	3.3	0.02	0.008	0.002	0.012	0.08	0.12	0.008	0.007	0.013	—	—	—	—	—	—

【 0 2 0 4 】

10

20

30

40

50

【表 4】

試験 番号	製造条件				製造結果		評価結果		評価					
	冷延後 の板厚	脱炭焼鈍の昇温工程		低温焼鈍工程		高温焼鈍工程								
		昇温 速度	到達 温度	PH2O /PH2	温度 T 1	保持時間 t 1	温度 T 2	保持時間 t 2						
	mm	℃/sec	℃	—	℃	hour	℃	hour	F1	F2	磁束密度 B8	磁気特性 T	鉄損 W17/50	被膜 密着性
1	0.22	600	750	0.05	930	60	1100	20	0.48	2.4	1.92	1.92	0.75	Fair
2	0.22	600	750	0.05	930	60	1100	20	0.47	2.3	1.94	1.94	0.78	Fair
3	0.22	1000	850	0.05	950	60	1100	20	0.47	2.1	1.91	1.91	0.73	Fair
4	0.22	1000	850	0.05	950	60	1100	20	0.45	2.3	1.92	1.92	0.78	Fair
5	0.22	1000	900	0.05	950	60	1100	20	0.46	4.1	1.91	1.91	0.78	Fair
6	0.22	1300	900	0.05	950	80	1100	30	0.35	2.1	1.92	1.92	0.77	Fair
7	0.22	1300	820	0.05	950	80	1100	30	0.42	4.8	1.93	1.93	0.73	Fair
8	0.22	500	820	0.05	950	80	1100	30	0.38	2.2	1.93	1.93	0.73	Fair
9	0.22	500	820	0.05	970	80	1250	30	0.39	4.5	1.94	1.94	0.72	Fair
10	0.22	1500	950	0.05	970	80	1250	30	0.41	4.9	1.92	1.92	0.73	Fair
11	0.22	1500	950	0.05	970	80	1250	30	0.38	2.1	1.93	1.93	0.76	Fair
12	0.22	1000	950	0.05	970	85	1250	60	0.48	2.2	1.95	1.95	0.71	Fair
13	0.22	1800	1000	0.05	970	85	1250	60	0.36	2.3	1.93	1.93	0.73	Fair
14	0.22	1800	1000	0.05	970	85	1250	60	0.33	2.4	1.94	1.94	0.72	Fair
15	0.22	1000	950	0.05	970	85	1290	60	0.38	2.3	1.92	1.92	0.78	Fair
16	0.22	1000	930	0.05	970	85	1290	60	0.41	2.3	1.93	1.93	0.75	Fair
17	0.22	400	930	0.05	970	85	1290	60	0.47	2.3	1.93	1.93	0.72	Fair
18	0.22	400	830	0.02	990	90	1290	80	0.29	3.4	1.93	1.93	0.72	Good
19	0.22	1000	750	0.02	990	90	1290	80	0.28	3.3	1.95	1.95	0.70	Good
20	0.22	1000	780	0.02	990	90	1290	80	0.28	3.4	1.92	1.92	0.78	Good
21	0.22	200	700	0.02	990	100	1290	80	0.15	3.5	1.92	1.92	0.79	Good
22	0.22	200	700	0.01	990	100	1290	80	0.08	4.2	1.91	1.91	0.81	VeryGood

【 0 2 0 5 】

【表 5】

試験 番号	製造条件										製造結果		評価結果		評価
	冷延後 の板厚	昇温 速度	脱炭焼鈍の昇温工程		低温焼鈍工程		高温焼鈍工程		F1	F2	磁束密度 B8	磁気特性 T	被膜 密着性		
			到達 温度	°C	PH2O /PH2	温度 T 1	保持時間 t 1	°C					hour	温度 T 2	
23	0.22	200	700	0.01	990	100	1290	80	hour	0.06	4.1	1.95	0.71	VeryGood	本発明例
24	0.22	500	990	0.01	990	100	1290	80	hour	0.08	4.0	1.95	0.72	VeryGood	本発明例
25	0.22	500	990	0.01	990	100	1290	80	hour	0.09	2.1	1.96	0.70	VeryGood	本発明例
26	0.19	800	850	0.08	930	60	1100	20	hour	0.42	2.4	1.91	0.72	Fair	本発明例
27	0.19	800	850	0.08	930	60	1100	20	hour	0.28	2.8	1.95	0.66	Fair	本発明例
28	0.19	1000	850	0.08	950	60	1100	20	hour	0.28	2.7	1.94	0.67	Fair	本発明例
29	0.19	1000	800	0.08	950	60	1100	20	hour	0.33	2.7	1.92	0.69	Fair	本発明例
30	0.19	1500	950	0.05	950	60	1100	20	hour	0.45	2.6	1.93	0.69	Fair	本発明例
31	0.19	1500	950	0.05	950	80	1100	30	hour	0.38	2.8	1.95	0.66	Fair	本発明例
32	0.19	1600	950	0.05	950	80	1100	30	hour	0.47	2.9	1.92	0.71	Fair	本発明例
33	0.19	1600	950	0.09	950	80	1100	30	hour	0.32	2.1	1.91	0.73	Fair	本発明例
34	0.19	1200	820	0.09	970	80	1250	30	hour	0.42	2.2	1.92	0.72	Fair	本発明例
35	0.19	1200	820	0.09	970	80	1250	30	hour	0.40	2.3	1.93	0.71	Fair	本発明例
36	0.19	100	780	0.09	970	80	1250	30	hour	0.45	2.4	1.93	0.74	Fair	本発明例
37	0.19	100	780	0.09	970	85	1250	60	hour	0.36	2.9	1.92	0.73	Fair	本発明例
38	0.19	100	780	0.09	970	85	1250	60	hour	0.32	2.7	1.91	0.74	Fair	本発明例
39	0.19	400	820	0.05	970	85	1250	60	hour	0.28	3.4	1.91	0.75	Good	本発明例
40	0.19	400	820	0.05	970	85	1290	60	hour	0.27	3.4	1.93	0.69	Good	本発明例
41	0.19	400	820	0.05	970	85	1290	60	hour	0.25	3.3	1.93	0.71	Good	本発明例
42	0.19	700	820	0.05	970	85	1290	60	hour	0.15	3.6	1.95	0.68	Good	本発明例
43	0.19	700	820	0.05	990	90	1290	80	hour	0.14	3.6	1.95	0.67	Good	本発明例
44	0.19	700	820	0.01	990	90	1290	80	hour	0.10	4.1	1.96	0.66	VeryGood	本発明例

【 0 2 0 6 】

10

20

30

40

50

【表 6】

試験 番号	製造条件						製造結果		評価結果		評価
	冷延後 の板厚 mm	昇温 速度 °C/sec	脱炭焼鈍の昇温工程		低温焼鈍工程		F1	F2	磁気特性 磁束密度 B8	鉄損 W17/50 W/kg	被膜 密着性
			到達 温度 °C	PH2O /PH2	温度 T 1 °C	保持時間 t 1 hour					
45	0.19	1000	860	0.01	990	90	0.08	3.8	1.93	0.68	VeryGood
46	0.19	1000	860	0.01	990	100	0.09	3.8	1.92	0.68	VeryGood
47	0.19	1000	860	0.01	990	100	0.07	3.9	1.94	0.68	VeryGood
48	0.19	1000	860	0.01	990	100	0.06	4.2	1.95	0.66	VeryGood
49	0.19	1000	860	0.01	990	100	0.05	3.7	1.94	0.66	VeryGood
50	0.19	1000	860	0.01	990	100	0.06	3.5	1.96	0.65	VeryGood
51	0.22	1500	860	0.05	950	40	0.08	5.5	1.92	0.95	—
52	0.22	1500	770	0.05	950	150	0.73	2.3	1.91	0.72	NoGood
53	0.22	1500	770	0.05	950	80	0.65	4.1	1.90	0.74	NoGood
54	0.22	1500	770	0.05	950	80	0.02	3.3	1.91	0.98	—
55	0.22	800	800	0.08	950	90	0.59	2.8	1.90	0.75	NoGood
56	0.22	800	800	0.08	950	90	0.04	3.5	1.90	0.94	—
57	0.22	800	800	0.08	—	—	0.15	5.6	1.91	0.86	—
58	0.22	800	800	0.08	870	60	0.55	1.3	1.65	1.25	—
59	0.22	800	800	0.08	1020	60	0.12	5.5	1.92	0.89	—
60	0.22	—	—	—	—	—	0.65	3.2	1.91	0.87	—
61	0.22	480	850	0.2	—	—	0.62	3.3	1.89	0.87	—
62	0.22	480	850	0.3	—	—	0.63	3.3	1.87	0.88	—
63	0.23	20	840	0.3	900	50	0.95	3.0	1.88	0.89	—
64	0.23	150	840	0.3	900	50	0.93	3.5	1.87	0.91	—
65	0.22	1000	820	0.2	930	60	0.55	1.5	1.90	0.95	—
66	0.22	1000	820	0.1	900	60	0.53	1.5	1.68	1.21	—

【産業上の利用可能性】

【0207】

本発明の上記態様によれば、ガラス被膜の密着性に優れる方向性電磁鋼板を提供できる。よって、産業上の利用可能性が高い。

【符号の説明】

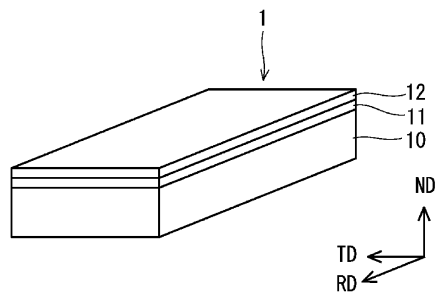
【0208】

- 1 方向性電磁鋼板
- 10 母材鋼板
- 11 グラス被膜

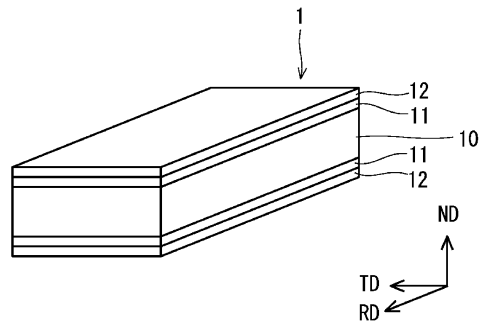
1 2 張力付与絶縁被膜

【図面】

【図 1】

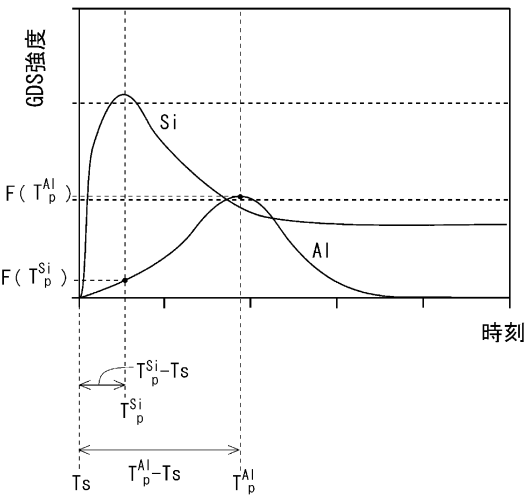


【図 2】

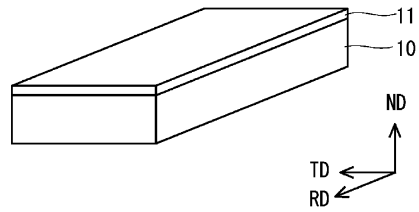


10

【図 3】



【図 4】



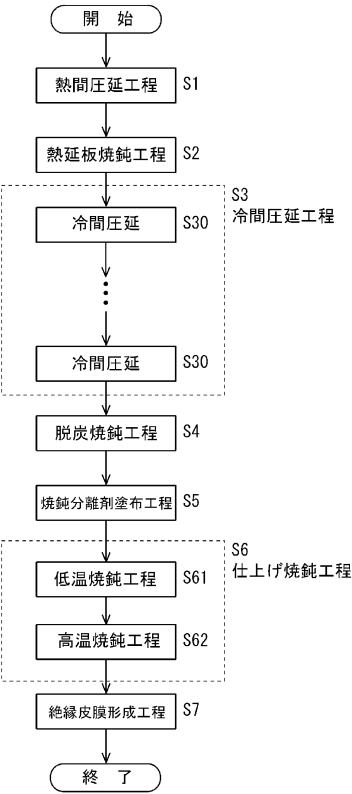
20

30

40

50

【図 5】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

- (74)代理人 100207686
弁理士 飯田 恭宏
- (74)代理人 100224812
弁理士 井口 翔太
- (72)発明者 片岡 隆史
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
- (72)発明者 田中 一郎
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
- (72)発明者 渥美 春彦
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
- (72)発明者 竹田 和年
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
- (72)発明者 山縣 龍太郎
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
- (72)発明者 森重 宣郷
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
- 審査官 鈴木 葉子
- (56)参考文献 特開平06-017261 (JP, A)
特開2000-204450 (JP, A)
特開平11-061356 (JP, A)
国際公開第2019/146697 (WO, A1)
韓国公開特許第10-2018-0072465 (KR, A)
韓国公開特許第10-2018-0072487 (KR, A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
C22C 38/00-38/60
C21D 8/12, 9/46