

(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10月3日(03.10.2024)



(10) 国際公開番号

WO 2024/204623 A1

(51) 国際特許分類:

C22C 38/00 (2006.01) H01F 1/147 (2006.01)
C22C 38/04 (2006.01) H01F 27/245 (2006.01)
C22C 38/60 (2006.01) C21D 8/12 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2024/012849

(22) 国際出願日: 2024年3月28日(28.03.2024)

(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 2023-054829 2023年3月30日(30.03.2023) JP

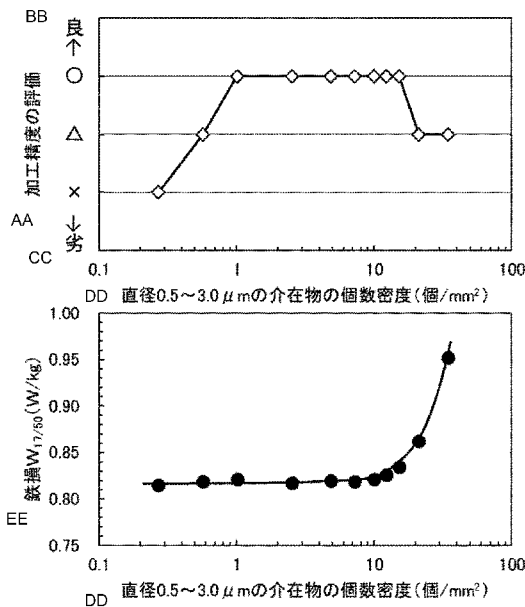
(71) 出願人: J F E スチール株式会社(JFE STEEL CORPORATION) [JP/JP]; 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 今村 猛(IMAMURA Takeshi); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 中井 由枝(NAKAI Yoshie); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 原田 晃史(HARADA Akifumi); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 山口 広(YAMAGUCHI Hiroi); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP).

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

(54) Title: GRAIN-ORIENTED ELECTRICAL STEEL SHEET AND WOUND CORE

(54) 発明の名称: 方向性電磁鋼板および巻鉄心



AA Evaluation of processing accuracy
BB Good
CC Poor
DD Number density (inclusions/mm²) of inclusions having diameter of 0.5-3.0 μm
EE Iron loss

(57) Abstract: Provided is a grain-oriented electrical steel sheet which has a component composition that contains 0.0050 mass% or less of C, 2.0-8.0 mass% of Si, and 0.02-1.0 mass% of Mn, with the balance being made up of Fe and unavoidable impurities, and which has a base coating film that is mainly composed of forsterite on the surface of a base material steel sheet, wherein the number density of inclusions having a diameter of 0.5-3.0 μm present inside the base material steel sheet is 1.0-20.0 inclusions/mm². This grain-oriented electrical steel sheet has excellent magnetic characteristics and achieves excellent accuracy when bent. Also provided is a wound core which uses this grain-oriented electrical steel sheet.

(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, 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))

(57) 要約: C: 0.0050mass%以下、Si: 2.0~8.0mass%およびMn: 0.02~1.0mass%を含有し、残部がFeおよび不可避免の不純物からなる成分組成を有し、母材鋼板の表面上にフォスファイトを主体とする下地被膜を有し、かつ、上記母材鋼板の内部に存在する直径が0.5μm以上3.0μm以下の介在物の個数密度が1.0個/mm²以上20.0個/mm²以下である、磁気特性に優れ、かつ折り曲げ加工精度にも優れる方向性電磁鋼板と、上記方向性電磁鋼板を用いた巻鉄心を提供する。

明 細 書

発明の名称： 方向性電磁鋼板および巻鉄心

技術分野

[0001] 本発明は、変圧器の鉄心材料に用いて好適な方向性電磁鋼板と、その鋼板を用いて製造された巻鉄心に関するものである。

背景技術

[0002] 方向性電磁鋼板は、主として変圧器や大型発電機の鉄心材料として用いられる軟磁性材料であり、鉄の磁化容易軸である結晶方位の $\langle 001 \rangle$ 軸が鋼板の圧延方向に高度に揃った集合組織を有することを特徴としている。このような集合組織は、二次再結晶を発現させて、Goss方位と称される $\{110\}$ $\langle 001 \rangle$ 方位の結晶粒を優先的に巨大成長させることで得ることができる。

[0003] 方向性電磁鋼板においては、その用途上、鉄損特性が最も重要視される。鉄損は、鋼板が励磁されたときに主に熱となってロスするエネルギー量を示しており、低い値であるほどロスが少なく良好な素材とされる。上記鉄損を低減させる方法としては、上記のGoss方位のばらつきを小さくして理想Goss方位に近づけることや、磁区細分化処理と呼ばれる特殊な加工を施すこと等が知られている。また、方向性電磁鋼板は、一般に積層して用いられることから鋼板表面には絶縁被膜が形成されているが、この被膜によって鋼板表面に引張張力を付与することでも鉄損を低減することができる。

[0004] 方向性電磁鋼板を用いた変圧器の鉄心は、巻鉄心と積鉄心とに大別される。巻鉄心は、鋼板を巻き重ねるタイプであり、比較的小型の変圧器に適用されている。例えば、特許文献1には、巻鉄心で三相三脚変圧器を作成する方法が開示されている。また、特許文献2には、低鉄損が得られる巻鉄心の製造方法が開示されている。また、特許文献3には、巻鉄心用の方向性電磁鋼板の表面に有機物を塗布することで、スリット時の工具寿命を延ばす技術が記載されている。一方、積鉄心は、短冊形や台形などに切断した切り板を積

み重ねるタイプであり、比較的大型の変圧器に適用されることが多い。例えば、特許文献4や特許文献5には、三相積変圧器の低鉄損化に関する技術が開示されている。また、特許文献6には、低鉄損かつ低騒音を達成した三相積変圧器の製造技術が記載されている。

先行技術文献

特許文献

- [0005] 特許文献1：特開平05－101943号公報
特許文献2：特開昭61－15309号公報
特許文献3：特開昭62－14405号公報
特許文献4：特開平06－251966号公報
特許文献5：特開平10－261536号公報
特許文献6：特開2000－114064号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0006] ところで、近年、巻鉄心が注目されており、中でも、鋼板を個別に折り曲げ加工し、それらの個々に加工された鋼板を複数層にわたって積層することにより角型形状の巻鉄心とした、いわゆる「ユニコア」と呼ばれるタイプの巻鉄心の需要が増加している。巻鉄心は、従来、電磁鋼板を巻き付ける型を準備し、それに鋼板を巻き付けることで鉄心を組み立てていた。しかし、このユニコアタイプの巻鉄心は、型が不要であり、組立加工や設計変更が容易で、コストダウンや製造性の向上が見込まれている。また、従来の巻鉄心では、型に巻き付ける際、鋼板にひずみが導入され、鉄損特性が大きく劣化するという問題を抱えていたが、ユニコアでは鉄心加工による歪導入部が折り曲げ部のみに限定されるため、鉄損劣化が小さく、場合によっては歪取焼鈍を省略できるという利点もある。
- [0007] 上記の巻鉄心に使用される方向性電磁鋼板は、巻鉄心を製造する際、折り曲げ加工を受けるが、このときの折り曲げ加工の精度が悪いことが問題視さ

れている。例えば、ユニコアに使用される鋼板は、規定の幅にスリットされた後、図1に示したように、数ヶ所で折り曲げ加工される。しかし、図2に示したように、折り曲げ加工後、突き合わせた鋼板端部の二辺が平行にならない場合が多々発生する。その結果、鋼板を積層することが困難となり、鉄心を構成することができないという問題が生じる。

[0008] 本発明は、従来技術が抱える上記の問題点に鑑みてなされたものであり、その目的は、磁気特性の劣化を招くことなく、折り曲げ加工精度に優れる方向性電磁鋼板と、上記鋼板を用いて製造された巻鉄心を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0009] 発明者らは、上記課題を達成するため、製品板の内部に存在する介在物が磁気特性および折り曲げ加工精度に及ぼす影響に着目して鋭意検討を重ねた。その結果、磁気特性の劣化を招くことなく、折り曲げ加工精度を高めるためには、鋼板内部に微細な介在物を存在させるとともに、その個数密度を適正化することが重要であることを見出し、本発明を開発するに至った。

[0010] 上記知見に基づく本発明は、母材鋼板の表面上にフォスファイトを主体とする下地被膜を有する方向性電磁鋼板において、上記母材鋼板は、C : 0.0050 mass %以下、Si : 2.0 ~ 8.0 mass %およびMn : 0.02 ~ 1.0 mass %を含有し、残部がFeおよび不可避免的不純物からなる成分組成を有し、上記母材鋼板の内部に存在する直径が0.5 μ m以上3.0 μ m以下の介在物の個数密度が1.0個/mm²以上20.0個/mm²以下であることを特徴とする方向性電磁鋼板である。

[0011] 本発明の上記方向性電磁鋼板は、下地被膜付きの状態で、S : 0.0005 ~ 0.0100 mass %およびSe : 0.0005 ~ 0.0100 mass %を含有し、グロー放電発光分析で鋼板表面から板厚方向のSeとSの濃度分布を測定したとき、SeおよびSそれぞれの発光強度プロファイルのピークが下地被膜と母材鋼板との界面に存在し、かつ、Seの発光強度のピーク値 I_{se} とSの発光強度のピーク値 I_s が下記(1)式；

$$I_{se}/I_s \leq 1.0 \quad \cdots (1)$$

を満たすことを特徴とする。

[0012] また、本発明の方向性電磁鋼板は、上記母材鋼板の内部に存在する直径が $5.0 \mu\text{m}$ 超の介在物の個数密度が $2.0 \text{個}/\text{mm}^2$ 以下であることを特徴とする。

[0013] また、本発明の方向性電磁鋼板における上記母材鋼板は、上記成分に加えてさらに、 $\text{Sn} : 0.005 \sim 0.500 \text{mass}\%$ 、 $\text{Cr} : 0.005 \sim 0.500 \text{mass}\%$ 、 $\text{Cu} : 0.01 \sim 0.50 \text{mass}\%$ 、 $\text{Ag} : 0.001 \sim 0.050 \text{mass}\%$ 、 $\text{Au} : 0.001 \sim 0.050 \text{mass}\%$ 、 $\text{Ni} : 0.01 \sim 0.50 \text{mass}\%$ 、 $\text{Bi} : 0.005 \sim 0.500 \text{mass}\%$ 、 $\text{P} : 0.005 \sim 0.50 \text{mass}\%$ 、 $\text{Sb} : 0.005 \sim 0.50 \text{mass}\%$ 、 $\text{Mo} : 0.005 \sim 0.50 \text{mass}\%$ 、 $\text{B} : 0.0001 \sim 0.00250 \text{mass}\%$ 、 $\text{Nb} : 0.001 \sim 0.020 \text{mass}\%$ 、 $\text{Ti} : 0.0005 \sim 0.0400 \text{mass}\%$ 、 $\text{V} : 0.001 \sim 0.020 \text{mass}\%$ 、 $\text{As} : 0.0010 \sim 0.0200 \text{mass}\%$ 、 $\text{Zn} : 0.001 \sim 0.020 \text{mass}\%$ 、 $\text{Pb} : 0.0001 \sim 0.0100 \text{mass}\%$ 、 $\text{W} : 0.0010 \sim 0.0100 \text{mass}\%$ 、 $\text{Co} : 0.002 \sim 0.050 \text{mass}\%$ 、 $\text{Ga} : 0.0001 \sim 0.0050 \text{mass}\%$ 、 $\text{Ge} : 0.0001 \sim 0.0050 \text{mass}\%$ 、 $\text{Ca} : 0.001 \sim 0.020 \text{mass}\%$ 、 $\text{Nd} : 0.001 \sim 0.020 \text{mass}\%$ 、 $\text{La} : 0.001 \sim 0.020 \text{mass}\%$ 、 $\text{Ce} : 0.001 \sim 0.020 \text{mass}\%$ 、 $\text{Pr} : 0.001 \sim 0.020 \text{mass}\%$ 、 $\text{Dy} : 0.001 \sim 0.020 \text{mass}\%$ および $\text{Hf} : 0.001 \sim 0.020 \text{mass}\%$ のうちから選ばれる少なくとも1種の成分を含有することを特徴とする。

[0014] また、本発明は、上記のいずれかに記載の方向性電磁鋼板からなる巻鉄心である。

発明の効果

[0015] 本発明によれば、磁気特性に優れるだけでなく、折り曲げ加工精度にも優

れる方向性電磁鋼板を提供することができるので、高効率の巻鉄心を製造することが可能となる。

図面の簡単な説明

[0016] [図1]ユニコアを製造するときの鋼板の折り曲げ加工を説明する模式図である。

[図2]ユニコアを製造するときの鋼板の折り曲げ加工の不具合を説明する模式図である。

[図3]加工精度を評価するパラメータである θ とHを説明する図である。

[図4]直径が $0.5 \sim 3.0 \mu\text{m}$ の介在物の個数密度が、折り曲げ加工の加工精度および鉄損に及ぼす影響を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0017] まず、本発明を開発する契機となった実験について説明する。

<実験1>

高炉から出銑した溶銑を、製鋼工程の転炉で脱炭、脱リン、脱硫処理する一次精錬した後、真空脱ガス処理装置で二次精錬して、C : $0.031 \sim 0.051 \text{ mass\%}$ 、Si : $3.20 \sim 3.35 \text{ mass\%}$ 、Mn : $0.07 \sim 0.11 \text{ mass\%}$ 、Al : $0.005 \sim 0.011 \text{ mass\%}$ 、N : $0.0011 \sim 0.0044 \text{ mass\%}$ およびS : $0.0008 \sim 0.0023 \text{ mass\%}$ を含有し、残部がFeおよび不可避免的不純物からなる成分組成の鋼を溶製した。この二次精錬の際、窒素分圧と処理時間を調整して溶鋼中に含まれる介在物の量や大きさを種々に変化させた。さらに、鋼中介在物の状態を変化させることを目的として、上記溶鋼を連続鑄造してスラブを製造する際、鑄込速度を $0.4 \sim 1.5 \text{ m/min}$ の範囲で変化させた。次いで、上記のようにして得たスラブを 1230°C の温度に再加熱した後、熱間圧延して板厚 2.4 mm の熱延板とし、上記熱延板表面のスケールを酸洗で除去した後、冷間圧延して最終板厚 0.23 mm の冷延板とした。次いで、上記冷延板に、 $60 \text{ vol\% H}_2 + 40 \text{ vol\% N}_2$ 、露点 45°C の雰囲気下で $850^\circ\text{C} \times 200 \text{ s}$ の一次再結晶焼鈍を兼ねた脱炭焼鈍を施して脱炭焼鈍

板とした。次いで、上記脱炭焼鈍板の表面にMgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布・乾燥した。その後、二次再結晶を完了させた後、H₂雰囲気下で1200℃の温度に5hr保持して純化处理する仕上焼鈍を施して、フォスフェイトを主体とする下地被膜を有する方向性電磁鋼板（製品板）とした。

[0018] 上記のようにして得た製品板について、鋼板表面に形成されたフォスフェイトを主体とする下地被膜を除去した後の母材鋼板の成分分析を行ったところ、C：0.0008～0.0021mass%、Si：3.20～3.35mass%およびMn：0.07～0.11mass%を含有し、残部がFeおよび不可避免的不純物からなる成分組成であった。

[0019] また、上記製品板から、圧延方向を長さ方向とする幅100mm×長さ300mmの試験片を採取し、JIS C 2556に記載の単板磁気特性試験法で鉄損 $W_{17/50}$ を測定した。なお、本発明では、板厚が0.23mmの製品板では、鉄損 $W_{17/50}$ が0.85W/kg以下であれば鉄損特性は良好であると評価する。

[0020] また、同じく上記製品板から、圧延方向を長さ方向とする幅150mm×長さ1000mmのサンプルを切り出し、図1に示したように、長さ方向の8箇所において、曲率半径 r ：3mmで各45°の折り曲げ加工を行った。次いで、上記折り曲げ加工後のリング状サンプルの加工精度を、図3に示した2つのパラメータ θ とHで評価した。ここで、上記 θ は、突き合わせた2辺（図3中のA、B）のなす角度であり、また、Hは、突き合わされた2辺A、Bの上下方向のずれ距離である。理想的な形状が得られた場合、 θ ：0°、H：0mmとなり、これらの値から乖離するほど、加工精度が悪いことを示す。そして、この実験では、各パラメータがそれぞれ θ ：0～3.0°、H：0～5.0mmの範囲内であれば加工精度が合格と判定し、両パラメータが合格の場合を○、片方のみが合格の場合を△、両パラメータが不合格の場合を×と表記した。

[0021] また、鋼板内に存在する介在物を調査するため、上記製品板から採取したサンプルの片面を塩酸酸洗して板厚中心まで削除し、圧延面（鋼板表面）に

平行な板厚中心を通る面を現出させた後、該表面内に存在する介在物の大きさと個数を、自動粒子測定機構を備えた走査型電子顕微鏡（P e r s o n a l S E M : A S P E X 社）を用いて 50 mm^2 の範囲に亘って測定した。

[0022] 図4に、上記のようにして測定した直径が $0.5\text{ }\mu\text{ m}$ 以上 $3.0\text{ }\mu\text{ m}$ 以下の介在物の個数密度（個／ mm^2 ）と、鉄損 $W_{17/50}$ および加工精度の評価結果との関係を示した。この図から、上記大きさの介在物の個数密度が 1.0 個／ mm^2 以上 20.0 個／ mm^2 以下の範囲で鉄損 $W_{17/50}$ と加工精度のどちらも良好となっていることがわかる。ここで、上記介在物の直径は、SEM画像から読み取った圧延方向と板幅方向のフェレ径の平均値のことをいう。

[0023] 介在物の個数密度が上記範囲で、加工精度が良好となる理由については、現時点ではまだ十分に明らかとなっていないが、発明者らは以下のように考えている。

前述したように、方向性電磁鋼板は、母材鋼板の結晶方位が特定方向に高度に揃っていることと、結晶粒が粗大であることが特徴である。そのため、折り曲げ加工したときに応力が集中する場所が少なく、加工の起点が不均一となるため、変形が不均一になりやすい。しかし、本実験で得られたように、鋼板中に、所定の大きさの介在物がある程度の密度で存在することで、その介在物に応力が集中し、変形の起点となること、また、上記介在物が均一に分布していると、変形の起点も均一となり、加工精度が向上すると考えられる。しかし、介在物の大きさが $0.5\text{ }\mu\text{ m}$ 未満であったり、介在物の個数密度が 1.0 個／ mm^2 未満であったりすると、上記加工精度向上効果が十分に得られない。逆に、個数密度が 20.0 個／ mm^2 を超えると、介在物によって磁壁の移動が阻害され、鉄損が劣化するようになる。磁壁の移動を阻害する力は、平均粒径と介在物の存在量に依存するが、1個の介在物を考えると、粒径が大きいほど大きく、特に $3.0\text{ }\mu\text{ m}$ を超えるとその力が顕著となる。よって、本実験で明らかになったように、平均粒径が $0.5\sim 3.0\text{ }\mu\text{ m}$ 程度の比較的小さい介在物を上記密度で存在させることで、磁性特性の劣

化を招くことなく、加工精度の良好な鋼板を得ることができる。なお、この考え方に基づく、磁壁移動を阻害する力が特に大きい $5.0\mu\text{m}$ 超の介在物は $2.0\text{個}/\text{mm}^2$ 以下であることが望ましい。

[0024] また、折り曲げ加工を行うと、折り曲げ部で、鋼板表面に形成されたフォーステライトを主体とする下地被膜が剥離し、母材鋼板が露出して絶縁不良を起こす懸念がある。この剥離対策について、別途実験を行い、検討した結果、下地被膜と母材鋼板との間（界面）に硫化物やセレン化物のような柔らかい化合物を存在させることが好ましいことも明らかとなった。

本発明は、上記の新規な知見に基づき開発したものである。

[0025] 次に、本発明の方向性電磁鋼板（製品板）の成分組成について説明する。

C : $0.0050\text{mass}\%$ 以下

Cは、製品板中に $0.0050\text{mass}\%$ を超えて含有していると、磁気時効を起こして鉄損劣化を招くようになるので、 $0.0050\text{mass}\%$ 以下に制限する。好ましくは、 $0.0030\text{mass}\%$ 以下である。

[0026] Si : $2.0\sim 8.0\text{mass}\%$

Siは、鋼の比抵抗を高めて、鉄損を低減するのに必要な元素である。しかし、Si含有量が $2.0\text{mass}\%$ 未満では、上記効果が十分に得られず、一方、 $8.0\text{mass}\%$ を超えると、鋼の加工性が低下し、鋼板のスリット加工や折り曲げ加工が困難となる。そのため、Siは $2.0\sim 8.0\text{mass}\%$ の範囲とする。好ましくは、 $3.0\sim 6.5\text{mass}\%$ の範囲である。

[0027] Mn : $0.02\sim 1.0\text{mass}\%$

Mnは、熱間加工性を向上したり、二次再結晶を安定化したりするのに有効な元素である。しかし、Mn含有量が $0.02\text{mass}\%$ 未満では、上記効果に乏しく、かつ、低減するのに大幅なコストが必要となる。一方、 $1.0\text{mass}\%$ を超えると、製品板の磁束密度が低下するようになる。そこで、Mnは $0.02\sim 1.0\text{mass}\%$ の範囲とする。望ましくは、 $0.05\sim 0.50\text{mass}\%$ の範囲である。

[0028] 本発明の方向性電磁鋼板（製品板）は、上記C、SiおよびMn以外の残部は、実質的にFeおよび不可避免的不純物である。しかし、磁気特性を向上する目的で、Sn：0.005～0.500mass%、Cr：0.005～0.500mass%、Cu：0.01～0.50mass%、Ag：0.001～0.050mass%、Au：0.001～0.050mass%、Ni：0.01～0.50mass%、Bi：0.005～0.500mass%、P：0.005～0.50mass%、Sb：0.005～0.50mass%、Mo：0.005～0.50mass%、B：0.0001～0.00250mass%、Nb：0.001～0.020mass%、Ti：0.0005～0.0400mass%、V：0.001～0.020mass%、As：0.0010～0.0200mass%、Zn：0.001～0.020mass%、Pb：0.0001～0.0100mass%、W：0.0010～0.0100mass%、Co：0.002～0.050mass%、Ga：0.0001～0.0050mass%、Ge：0.0001～0.0050mass%、Ca：0.001～0.020mass%、Nd：0.001～0.020mass%、La：0.001～0.020mass%、Ce：0.001～0.020mass%、Pr：0.001～0.020mass%、Dy：0.001～0.020mass%およびHf：0.001～0.020mass%のうちから選ばれた少なくとも1種を適宜含有してもよい。それぞれの元素の含有量が上記下限値より少ないと、磁気特性向上効果が十分に得られず、逆に、上記上限値を超えると、二次再結晶粒の発達が抑制され、却って磁気特性が劣化するようになる。

[0029] 次に、本発明の方向性電磁鋼板について説明する。

本発明の方向性電磁鋼板は、鋼板表面からフォルステライトを主体とする下地被膜を除去した後の鋼板（母材鋼板）の内部に、直径が0.5 μ m以上3.0 μ m以下の介在物が存在し、かつ、上記介在物の個数密度が1.0個/mm²以上20.0個/mm²以下の範囲にあることが必要である。ここで

、上記個数密度は、板厚中心を含む鋼板表面に平行な面内で測定した値である。個数密度が 1.0 個/ mm^2 未満では、上記した加工精度の向上効果が十分に得られず、一方、 20.0 個/ mm^2 を超えると、鉄損が大きく上昇するようになる。好ましくは 1.0 個/ mm^2 以上 10.0 個/ mm^2 以下の範囲である。

[0030] また、介在物による鉄損劣化を抑制するためには、磁壁の移動の大きな障害となる直径 $5.0\mu\text{m}$ を超える介在物は、その個数密度が 2.0 個/ mm^2 以下であることが好ましく、 1.0 個/ mm^2 以下であることがより好ましい。

[0031] 次に、本発明の方向性電磁鋼板の製造方法について説明する。

本発明の方向性電磁鋼板の製造に用いる鋼素材（スラブ）は、高炉法で得られた溶銑や、電炉法で得られた溶鋼等を従来公知の精錬プロセスで精錬し、成分調整して、上記に説明した成分組成を有する鋼を溶製した後、上記溶鋼を連続 casting 法あるいは造塊一分塊圧延法等を用いて製造する。

[0032] なお、上記鋼素材は、Cを $0.010\sim0.090\text{mass}\%$ の範囲で含有していることが好ましい。Cは、脱炭焼鈍工程で製品板が磁気時効を起こさない $0.0050\text{mass}\%$ 以下に低減される元素であるが、 $0.090\text{mass}\%$ を超えると、脱炭不足を起こし、製品板中のCが $0.0050\text{mass}\%$ を超える虞がある。一方、Cは、鋼素材の粒界を強化したり、熱延板の $\alpha-\gamma$ 変態を介して集合組織を改善したりする効果がある元素であり、スカー効果を得るためには $0.010\text{mass}\%$ 以上含有していることが好ましい。

[0033] また、上記鋼素材は、後述する仕上焼鈍で二次再結晶を発現させるのにインヒビターを利用する場合には、上記に説明した成分組成に加えてさらに、インヒビター形成成分である、Al、N、SおよびSeを含有していることが好ましい。具体的には、インヒビターとしてAlNを利用する場合はAl： $0.010\sim0.040\text{mass}\%$ 、N： $0.005\sim0.020\text{mass}\%$ の範囲で含有することが好ましい。また、インヒビターとしてMnSお

よび／またはMnSeを利用する場合はS：0.005～0.040mass%および／またはSe：0.005～0.040mass%の範囲で含有することが好ましい。上記インヒビター形成成分は、後述する仕上焼鈍における純化处理で、不純物レベルまで低減される。なお、インヒビターである上記AlNと、MnSおよび／またはMnSeは、それぞれ単独で用いてもよいし、併用して用いてもよい。

[0034] 一方、二次再結晶を発現させるのにインヒビターを利用しない場合には、上記インヒビター形成成分である、Al、N、SおよびSeは極力低減するのが好ましい。具体的には、Al：0.010mass%未満、N：0.005mass%未満、S：0.005mass%未満およびSe：0.005mass%未満である。なお、上記したインヒビター形成成分であるSおよびSeは、後述するように、フォスフェイト質の下地被膜の密着性の向上に寄与する元素であるため、上記した範囲内で、適宜含有していることが好ましい。

[0035] なお、前述した成分のうち、Cは脱炭焼鈍工程で低減することが、また、Nは仕上焼鈍工程で加窒することが可能である。しかし、CおよびN以外のその他の成分は、熱間圧延以降の工程で含有量を変更することが難しいため、溶鋼を溶製する段階で成分調整しておくことが好ましい。

[0036] また、本発明においては、上記精錬工程で、鋼成分を上記した成分範囲に調整を行うことに加えて、鋼中に存在する介在物の形態制御を行うことが重要である。鋼中に存在する介在物は、一般的な方向性電磁鋼板では鉄損を劣化させるため、極力低減することが望ましいとされている。しかし、本発明では、折り曲げ加工の加工精度を向上させるため、鋼中に磁気特性に悪影響を及ぼさない適度の大きさの介在物を適度な密度で存在させる必要がある。

[0037] 上記の介在物の形態制御方法としては、例えば、転炉での一次精錬時の時間を短縮したり、スラグの排滓を制限したりする方法や、二次精錬時の吹込ガスの流量を低減したり、吹込時間を短縮したりする方法等を用いることができる。ただし、本発明では、その方法については特に限定しない。

[0038] 次いで、鋼成分と介在物を適正に制御した鋼素材（スラブ）は、通常の方法・条件で所定の温度に加熱した後、熱間圧延して所定の板厚の熱延板とする。上記熱間圧延前のスラブ加熱温度は、スラブがインヒビター形成成分を含有している場合は、インヒビターを完全に固溶させる観点から、1350℃以上の温度に加熱するのが好ましい。一方、インヒビター形成成分を含有していない場合は、熱エネルギーコストを低減する観点から、1250℃以下で、熱間圧延が可能な温度以上とするのが好ましい。

[0039] 次いで、上記熱間圧延後の鋼板（熱延板）は、要求特性に応じて熱延板焼鈍を施してもよい。良好な磁気特性を得るためには、上記の焼鈍温度は800℃以上1150℃以下の範囲とするのが好ましい。熱延板焼鈍温度が800℃未満では、熱間圧延で形成されたバンド組織が残留して整粒の一次再結晶組織を得ることが難しくなり、二次再結晶粒の発達が阻害される虞がある。一方、熱延板焼鈍温度が1150℃を超えると、熱延板焼鈍後の粒径が粗大化し過ぎて、やはり、整粒の一次再結晶組織を得ることが難しくなる。

[0040] 次いで、上記熱延板または熱延板焼鈍後の熱延板は、1回の冷間圧延または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延をして最終板厚（製品板厚）の冷延板とする。なお、中間焼鈍を行う場合は、焼鈍温度を900℃以上1200℃以下の範囲とするのが好ましい。焼鈍温度が900℃未満では、再結晶粒が細くなり、一次再結晶組織におけるGoss核が減少して磁気特性が劣化する虞がある。一方、1200℃を超えると、熱延板焼鈍と同様、粒径が粗大化し過ぎて、整粒の一次再結晶組織を得ることが難しくなる。

[0041] なお、最終板厚とする最終冷間圧延では、冷間圧延時の鋼板温度を100℃～300℃に高めて圧延する温間圧延や、圧延のパス間で時効を施すパス間時効を採用することが好ましい。これにより、再結晶集合組織を改善して磁気特性を向上することができる。

[0042] 次いで、上記最終板厚とした冷延板は、一次再結晶焼鈍を兼ねた脱炭焼鈍を施す。この脱炭焼鈍は、脱炭性を十分に確保する観点から、焼鈍温度は800℃以上900℃以下の範囲とし、脱炭焼鈍時の雰囲気は、露点が30℃

以上の湿潤雰囲気とするのが好ましい。同じく脱炭を促進する観点から、上記雰囲気中には、 H_2 を5 vol %以上70 vol %以下の範囲で含有するのが好ましい。さらに、上記焼鈍温度までの昇温速度は、鉄損特性を向上する観点から、 $100^\circ C/s$ 以上とするのが好ましい。ただし、昇温速度が高いほど、それを達成する設備にコストがかかるため、上限は $2000^\circ C/s$ 程度とするのが好ましい。

[0043] 次いで、上記脱炭焼鈍後の鋼板は、鋼板の表面に焼鈍分離剤を塗付・乾燥した後、コイルに巻き取り、仕上焼鈍を施す。上記焼鈍分離剤は、 MgO を主成分とするものを用いることで、焼鈍時の鋼板同士の融着を防止するとともに、鋼板表面にフォスファイトを主体とする下地被膜を形成することができる。ここで、上記「 MgO を主成分とする」とは、焼鈍分離剤中の MgO 含有量が75 mass %以上であることを意味する。また、上記「フォスファイトを主体とする」とは、下地被膜中のフォスファイトが80 mass %以上であることを意味する。

[0044] 上記仕上焼鈍は、二次再結晶を発現させるためには $800^\circ C$ 以上で行うことが好ましく、二次再結晶を完了させるためには $800^\circ C$ 以上の温度で20 hr以上保持するのが好ましい。さらに、鋼中の不純物を純化し、かつ、フォスファイト被膜を形成させるためには、二次再結晶を完了させた後、 H_2 含有雰囲気下で $1200^\circ C$ 程度の高温に加熱するのが好ましい。さらに、不純物の純化をより促進するためには、 H_2 雰囲気下で $1180^\circ C$ 以上の温度に3 hr以上保持するのが好ましい。

[0045] 次いで、上記仕上焼鈍後の鋼板は、未反応の焼鈍分離剤を水洗やブラッシング、酸洗等で除去した後、鋼板の形状を矯正し、鉄損特性を改善するための平坦化焼鈍を施すことが好ましい。

[0046] また、製品板を積層して使用する場合には、鉄損をより改善するために、平坦化焼鈍または平坦化焼鈍の前もしくは後の工程で、鋼板表面に絶縁被膜を形成するのが好ましい。上記絶縁被膜は、鉄損低減効果を高める観点から、鋼板に引張張力を付与できる張力付与型のものを適用するのが好ましい。

また、バインダーを介して張力被膜を被成したり、物理蒸着法や化学蒸着法で無機物の被膜を鋼板表層に形成したりする方法を採用すると、密着性に優れた被膜が得られ、かつ、大きな鉄損低減効果が得られる。

[0047] ところで、方向性電磁鋼板の被膜の密着強度を評価する方法として、曲げ剥離径を測定する方法がある。この方法は、方向性電磁鋼板から採取した小片を、直径の異なる複数の丸棒の表面に巻き付けて被膜に欠陥、剥離が発生する丸棒径の限界値（曲げ剥離径）を求めて評価する方法であり、曲げ剥離径が小さいほど、耐剥離性は良好であると評価されている。しかし、ユニコアタイプの巻鉄心は、鋼板を数箇所折り曲げ加工するものであるため、個々の折り曲げ部の曲率半径が10mm以下となる場合がある。このような小さな曲率半径で折り曲げ加工を受けた部分は、鋼板表面に形成されたフォールステライト質の下地被膜が大きなひずみを受けるため、上記した曲げ剥離径を求める評価試験では良好であっても、被膜剥離を起こし易くなるという問題がある。

[0048] 斯かる下地被膜の剥離を起こし難くするためには、母材鋼板と下地被膜との界面に、軟質の硫化物やセレン化物を存在させることが有効である。硫化物やセレン化物を界面に存在させる手段としては、例えば、鋼素材成分としてSやSeを含有させる方法や、実施例に記載するように、SやSeを含有する化合物を添加した焼鈍分離剤を用いる方法等があるが、実施する上での自由度の点からは後者の方法が好ましい。

[0049] ここで、上記被膜剥離防止効果を確実に得るためには、下地被膜を含めた鋼板全体を成分分析したときのS含有量が0.0005～0.0100mass%およびSe含有量が0.0005～0.0100mass%の範囲内にあり、かつ、グロー放電発光分析で鋼板表面から板厚方向のSeとSの濃度分布を測定したとき、SeおよびSそれぞれの発光強度プロファイルのピークが下地被膜と母材鋼板との界面に存在し、さらに、Seの発光強度のピーク値 I_{se} とSの発光強度のピーク値 I_s との比 I_{se}/I_s が1.0以下であることが好ましい。より好ましくは、S含有量は0.0020～0.009

0 m a s s %、S e 含有量は0.0030～0.0090 m a s s %の範囲であり、比 I_{se}/I_s は0.8以下である。

[0050] 上記した比 I_{se}/I_s が1.0以下であることが好ましい理由は、硫化物は、セレン化物よりもより軟質で剥離抑制効果が高いので、硫化物を多く存在させることが好ましいからである。

[0051] また、本発明の方向性電磁鋼板は、より低い鉄損を得るため、鉄損低減効果の大きい磁区細分化処理を施してもよい。巻鉄心は、歪取焼鈍を施すことが一般的であるが、ユニコアタイプでは歪取焼鈍を施さない場合もあり得る。そのため、上記磁区細分化処理する方法としては、鋼板表面に溝を付与する等の耐熱型の磁区細分化処理の他に、レーザや電子ビームを鋼板表面に照射する非耐熱型の磁区細分化処理を適用してもよい。

[0052] 上記の条件を満たして製造された本発明の方向性電磁鋼板は、磁気特性に優れるだけでなく、折り曲げ加工したときの加工精度にも優れているので、巻鉄心に好ましく用いることができる。中でも、下地被膜と母材鋼板との界面にSおよびS e を適正量存在させた本発明の方向性電磁鋼板は、耐被膜剥離性にも優れるので、曲率半径が小さい折り曲げ加工部を有する「ユニコア」タイプの巻鉄心には好適に用いることができる。

実施例 1

[0053] 電炉で一次精錬した溶鋼を取鍋精錬法（L F）で二次精錬し、C：0.034～0.085 m a s s %、Si：3.11～3.40 m a s s %、Mn：0.07～0.12 m a s s %、Al：0.004～0.007 m a s s %、N：0.003～0.004 m a s s %、S：0～0.022 m a s s %、S e：0～0.007 m a s s %、S b：0.022～0.031 m a s s %およびS n：0.045～0.055 m a s s %を含有し、残部がF e および不可避免的不純物からなる成分組成を有する鋼を溶製した。この際、炉底から吹き込むA r ガス量と精錬時間を変更することで鋼中の介在物の量や粒径を調整した。次いで、上記成分調整後の溶鋼を連続 casting 法でスラブとする際、鋼中介在物の状態をさらに変化させることを目的として casting 速度を

0.6～1.6 mm/minの範囲で変化させた。次いで、上記のようにして得たスラブを1200℃の温度に再加熱した後、熱間圧延して板厚2.4 mmの熱延板とし、該熱延板表面のスケールを酸洗で除去した後、冷間圧延して最終板厚0.23 mmの冷延板とした。次いで、上記冷延板に、60 vol % H₂ + 40 vol % N₂、露点60℃の雰囲気下で、840℃×100 sの一次再結晶焼鈍を兼ねた脱炭焼鈍を施して脱炭焼鈍板とした。次いで、上記脱炭焼鈍板の表面にMgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、乾燥した。次いで、二次再結晶を完了させた後、H₂雰囲気下で1200℃の温度に5 h r保持して純化处理する仕上焼鈍を施してフォルステライトを主体とする下地被膜を有する方向性電磁鋼板（製品板）とした。

[0054] 斯くして得た製品板について、下地被膜を除去した後の鋼板（母材鋼板）について成分分析を行ったところ、すべての鋼板が、C : 0.0008～0.0015 mass %、Si : 3.11～3.40 mass %、Mn : 0.07～0.12 mass %、Sb : 0.022～0.031 mass %およびSn : 0.045～0.055 mass %を含有し、残部がFeおよび不可避免的不純物からなる成分組成を有していた。

[0055] 次いで、上記製品板から、圧延方向を長さ方向とする幅：100 mm×長さ：300 mmの試験片を採取し、JIS C 2556に記載の単板磁気特性試験法で鉄損 $W_{17/50}$ を測定した。

また、上記製品板から圧延方向を長さ方向とする幅：150 mm×長さ：1000 mmのサンプルを切り出し、図1のように、長さ方向の8箇所において、曲率半径 r ：3 mmで各45°の折り曲げ加工を行った。得られた折り曲げ加工後のリング状のサンプルについて、加工精度を評価するため、図3に示した2つのパラメータ θ および H を測定し、 θ ：0～3.0°および H ：0～5.0 mmの範囲内であれば、その製品板は加工精度が良好である（合格）と評価した。

さらに、上記製品板の介在物を評価するため、上記製品板から試験片を採取し、片面を塩酸酸洗して鋼板の板厚中心を含む鋼板表面に平行な面を現出

させた後、自動粒子測定機構を備えた走査型電子顕微鏡を用いて上記面の 50 mm^2 の範囲内に存在する直径 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $3.0\text{ }\mu\text{m}$ 以下の介在物の個数密度（個/ mm^2 ）を測定した。

[0056] 上記の測定結果を表1に示した。同表から、直径 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $3.0\text{ }\mu\text{m}$ 以下の介在物の個数密度が本発明の条件を満たす範囲内において、磁気特性および加工精度がともに良好となっていることがわかる。

[0057] [表1]

No.	介在物の個数密度 (個/ mm^2)	加工精度		鉄損 $W_{17/50}$ (W/kg)	備考
		θ ($^\circ$)	H (mm)		
1	0.06	4.2	11.2	0.816	比較例
2	0.13	3.8	10.1	0.825	比較例
3	0.62	2.9	6.5	0.811	比較例
4	0.89	3.2	4.8	0.816	比較例
5	1.11	2.7	0.4	0.812	発明例
6	2.69	1.6	2.9	0.818	発明例
7	5.38	0.3	1.0	0.819	発明例
8	9.85	0.8	0.6	0.824	発明例
9	13.45	1.5	1.8	0.836	発明例
10	18.95	1.2	3.6	0.843	発明例
11	25.33	2.6	7.5	0.851	比較例
12	33.46	2.6	8.8	0.875	比較例

実施例 2

[0058] 高炉から出銑した溶銑を、転炉で脱炭、脱リン、脱硫処理する一次精錬した後、真空脱ガス処理で二次精錬と成分の最終調整を行い、C： $0.006\sim0.153\text{ mass\%}$ 、Si： $1.1\sim8.5\text{ mass\%}$ 、Mn： $0.01\sim1.5\text{ mass\%}$ 、Al： $0\sim0.032\text{ mass\%}$ 、N： $0.0005\sim0.0112\text{ mass\%}$ 、S： $0\sim0.012\text{ mass\%}$ およびSe： $0\sim0.021\text{ mass\%}$ を含有し、あるいはさらに、その他の成分として、表2に示したように、Sn、Cr、Cu、Ag、Au、Ni、Bi、P、Sb、Mo、B、Nb、Ti、V、As、Zn、Pb、W、Co、Ga、Ge、Ca、Nd、La、Ce、Pr、DyおよびHfのうちから選ばれる少

なくとも1種の成分を適宜含有し、残部がFeおよび不可避免の不純物からなる種々の成分組成を有する鋼を溶製した。この際、一次精錬での排滓量を変更したり、二次精錬では処理時間を調整したりすることで、鋼中に含まれる介在物の量や粒径を本発明の範囲内となるように調整した。次いで、上記溶鋼を、連続鋳造法で鋼素材（スラブ）とした。次いで、上記スラブを1230℃の温度に再加熱した後、熱間圧延して板厚2.7mmの熱延板とした。次いで、上記熱延板表面のスケールを酸洗で除去した後、冷間圧延して中間板厚1.6mmとし、1000℃×100sの中間焼鈍を施した後、2回目の冷間圧延をして最終板厚0.23mmの冷延板とした。次いで、上記冷延板に、60vol% H_2 +40vol% N_2 、露点45℃の雰囲気下で、850℃×200sの一次再結晶焼鈍を兼ねた脱炭焼鈍を施して脱炭焼鈍板とした。次いで、上記脱炭焼鈍板の表面にMgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布・乾燥した。その後、二次再結晶を完了させた後、 H_2 雰囲気下で1200℃の温度に5hr保持して純化处理する仕上焼鈍を施してフォルステライト被膜を有する方向性電磁鋼板（製品板）とした。

[0059] 斯くして得た製品板について、下地被膜を除去した後の母材鋼板の成分分析を行った。

また、圧延方向を長さ方向とする幅：100mm×長さ：300mmの試験片を採取し、JIS C 2556に記載の単板磁気特性試験法で磁気特性を測定した。

また、加工精度を評価するため、上記製品板から圧延方向を長さ方向とする幅：150mm×長さ：1000mmのサンプルを切り出し、図1のように、長さ方向の8箇所において、曲率半径 r ：3mmで各45°の折り曲げ加工を行ない、得られた折り曲げ加工後のリング状サンプルについて、図3に示した2つのパラメータ θ および H を測定し、 θ ：0～3.0°および H ：0～5.0mmの範囲内であれば加工精度が良好である（合格）と評価した。

さらに、上記製品板の介在物を評価するために、上記製品板から試験片を

採取し、フッ酸と過酸化水素水の混合溶液で片面を酸洗して鋼板の板厚中心を含む鋼板表面に平行な面を現出させた後、自動粒子測定機構を備えた走査型電子顕微鏡を用いて上記面の 50 mm^2 の範囲内に存在する直径 $0.5\text{ }\mu\text{ m}$ 以上 $3.0\text{ }\mu\text{ m}$ 以下および $5.0\text{ }\mu\text{ m}$ 超の介在物の個数密度（個／ mm^2 ）を測定した。

[0060] 上記測定の結果を表2に併記した。この表から、本発明の条件を満たす鋼板は、磁気特性および加工精度がともに良好であることがわかる。なお、No. 4の鋼板は、スラブのCが高過ぎたため、脱炭焼鈍で脱炭不足となってしまった例である。また、No. 9の鋼板は、発明例であるが、直径 $5.0\text{ }\mu\text{ m}$ 超の介在物が多く、磁気特性が若干悪化しており、巨大な介在物は少ないほど磁気特性に対して好ましいこともわかる。なお、インヒビター形成成分であるAl、N、SおよびSeの母材鋼板中の含有量は表2中には示さなかったが、いずれの鋼板も不可避免の不純物レベルまで低減されていた。

[0061]

[表2]

No.	母材鋼板の化学成分 (mass%)					介在物の個数密度		加工精度		鉄損 $W_{17/50}$ (W/kg)	備考
	C	Si	Mn	その他の成分		0.5~3.0 μ m (個/mm ²)	5.0 μ m超 (個/mm ²)	θ (°)	H (mm)		
1	0.0011	3.62	0.12	—		8.15	1.89	0.9	3.4	0.831	発明例
2	0.0024	3.61	0.11	—		5.24	1.30	1.1	2.8	0.827	発明例
3	0.0019	3.20	0.14	—		5.39	0.59	1.8	3.2	0.825	発明例
4	0.0150	3.34	0.15	—		1.82	0.53	0.1	0.8	1.123	比較例
5	0.0023	1.12	0.09	—		6.11	1.19	2.1	2.6	1.362	比較例
6	0.0017	8.55	0.23	—		1.67	1.53	0.1	1.5	5.241	比較例
7	0.0018	3.46	0.01	—		3.19	0.95	0.2	3.7	6.714	比較例
8	0.0016	3.09	1.52	—		3.54	1.11	0.2	1.5	5.770	比較例
9	0.0015	4.02	0.25	—		1.86	4.69	1.6	1.9	0.835	発明例
10	0.0025	3.33	0.09	Sb:0.052		4.23	0.88	0.7	2.5	0.812	発明例
11	0.0018	3.05	0.12	Mo:0.044		3.86	1.25	1.6	2.2	0.820	発明例
12	0.0020	3.51	0.15	Cu:0.084		7.02	0.59	0.8	0.9	0.809	発明例
13	0.0012	3.21	0.17	Sn:0.046, Sb:0.053, Mo:0.020, Cu:0.08		3.30	0.71	1.3	0.6	0.797	発明例
14	0.0008	2.99	0.17	Au:0.002, Ni:0.46, Ti:0.0230, As:0.0020		5.64	0.97	2.4	2.8	0.807	発明例
15	0.0013	3.14	0.24	P:0.31, B:0.00007, Co:0.038, Cr:0.009, Nb:0.018		1.83	1.02	1.3	0.6	0.808	発明例
16	0.0013	3.50	0.11	Ca:0.016, Dy:0.015, Pb:0.0003, Sb:0.012		5.13	1.81	1.5	0.8	0.809	発明例
17	0.0011	3.31	0.10	Cu:0.46, Hf:0.001, Ce:0.013, Ni:0.03, P:0.008		8.31	1.29	1.1	0.6	0.816	発明例
18	0.0007	3.22	0.17	Bi:0.210, Mo:0.440, Ga:0.0050, Zn:0.004		2.94	1.29	1.1	2.3	0.809	発明例
19	0.0019	3.59	0.09	V:0.004, Nd:0.002, As:0.0120, La:0.002		6.55	1.78	0.2	3.8	0.823	発明例
20	0.0020	3.36	0.17	Sn:0.450, W:0.0080, Pr:0.002, Mo:0.003		3.83	1.80	0.4	3.6	0.805	発明例
21	0.0010	3.44	0.19	Cr:0.350, Ag:0.032, Ge:0.0004, Dy:0.002		6.79	1.35	0.1	0.6	0.817	発明例
22	0.0010	3.09	0.13	Sn:0.008, Ti:0.0008, La:0.013, Zn:0.018		7.29	0.54	1.5	2.1	0.819	発明例
23	0.0018	3.33	0.21	Co:0.005, Pb:0.0060, Bi:0.009, Ce:0.003		3.87	1.73	1.8	2.5	0.822	発明例
24	0.0015	3.41	0.16	Cu:0.02, B:0.00213, Ga:0.0005, Hf:0.020		1.91	1.81	1.8	4.0	0.814	発明例
25	0.0020	3.61	0.25	Sb:0.330, V:0.013, Nd:0.016, Pr:0.015		5.64	0.56	1.1	1.5	0.806	発明例
26	0.0020	3.27	0.14	Nb:0.0016, Ag:0.010, W:0.0020, Ca:0.001		4.47	1.96	1.6	3.5	0.823	発明例
27	0.0021	3.37	0.24	Sb:0.035, Au:0.027, Ge:0.0045		3.08	1.32	0.2	3.6	0.811	発明例

実施例 3

[0062] 実施例 2 で製造した No. 1 の脱炭焼鈍後の鋼板を素材として用い、該鋼板の表面に MgO を主成分とする焼鈍分離剤を塗布・乾燥した。なお、上記 No. 1 の鋼板の鋼素材は、S : 0.0050 mass % および Se : 0.0040 mass % を含有するものであった。この際、上記焼鈍分離剤として、MgO : 100 質量部に対して硫酸マグネシウム、セレン酸ナトリウムのいずれも無添加のもの (No. 1-1)、MgO : 100 質量部に対して硫酸マグネシウムを 3 質量部添加したもの (No. 1-2)、MgO : 100 質量部に対してセレン酸ナトリウムを 4 質量部添加したもの (No. 1-3)、MgO : 100 質量部に対して硫酸マグネシウムを 3 質量部、セレン酸ナトリウムを 5 質量部添加したもの (No. 1-4) および MgO : 100 質量部に対して硫酸マグネシウムを 2 質量部、セレン酸ナトリウムを 6 質量部添加したもの (No. 1-5) の 5 種類を適用した。次いで、上記鋼板に、二次再結晶を完了させた後、 H_2 雰囲気下で、 $1200^{\circ}C$ の温度に 5 hr 保持して純化处理する仕上焼鈍を施してフォステライト被膜を有する方向性電磁鋼板 (製品板) とした。

[0063] 斯くして得た製品板からサンプルを採取し、フォステライトを主体とする下地被膜を除去した母材鋼板の C、Si および Mn の含有量と、下地被膜込みの鋼板に含まれる S および Se の含有量を分析した。

また、上記サンプルについて、鋼板表面から板厚方向への Se および S の濃度分布をグロー放電発光分析で測定し、Se および S それぞれの発光強度プロファイルのピークが下地被膜と母材鋼板の界面に存在することを確認するとともに、Se と S それぞれの発光強度のピーク値 I_{Se} 、 I_S の比 I_{Se}/I_S を求めた。

また、上記製品板から、圧延方向を長さ方向とする幅 : 100 mm × 長さ : 300 mm の試験片を採取し、JIS C 2556 に記載の単板磁気特性試験法で磁気特性を測定した。

また、加工精度を評価するため、上記製品板から圧延方向を長さ方向とす

る幅：150mm×長さ：1000mmのサンプルを切り出し、図1のように、長さ方向の8箇所において、曲率半径 r ：3mmで各 45° の折り曲げ加工を行なった。得られた折り曲げ加工後のリング状サンプルについて、図3に示した2つのパラメータ θ および H を測定し、 θ ： $0 \sim 3.0^\circ$ および H ： $0 \sim 5.0$ mmの範囲内であれば加工精度が良好である（合格）と評価した。

この際、折り曲げ加工部の表面を目視観察し、下地被膜の剥離の有無を検査した。

また、上記製品板から幅150mmで長さ100mのフープ状コイルを作成し、ユニコア用鋼板折り曲げ切断機で折り曲げたリング状サンプルを100枚積層して、長辺：300mm×短辺：200mmの外径を有するユニコアを作製した後、該コアの鉄損 $W_{17/50}$ を測定した。なお、本発明では、板厚0.23mmの鋼板を用いたユニコアの鉄損 $W_{17/50}$ は、 $1.00W/kg$ 以下であれば良好と評価する。

さらに、上記製品板の介在物を評価するために、上記製品板から試験片を採取し、片面をフッ酸と過酸化水素水の混合溶液で酸洗し、鋼板の板厚中心を含む鋼板表面に平行な面を現出させた後、自動粒子測定機構を備えた走査型電子顕微鏡を用いて上記面の $50mm^2$ の範囲内に存在する直径 $0.5\mu m$ 以上 $3.0\mu m$ 以下の介在物の個数密度（個/ mm^2 ）を測定した。

[0064] 上記測定の結果を表3に示した。この表から、本発明の条件を満たす鋼板は、磁気特性および加工精度がともに良好であることがわかる。また、下地被膜と母材鋼板との界面における S_e と S のピーク強度比 I_{se}/I_s が1.0以下の鋼板は、折り曲げ加工部の耐被膜剥離特性も優れていることがわかる。因みに、直径が $20mm\phi$ の丸棒に巻き付ける「皮膜剥離試験」では、いずれの鋼板も剥離が生じないことも確認している。

[0065]

[表3]

No.	化 学 成 分 (mass%)					Ise/Is	介在物の個数密度		加 工 特 性			鉄 損 特 性		備 考
	母材鋼板						0.5~3.0μm (個/mm ²)	5.0μm超 (個/mm ²)	加工精度		被膜剥離 の有無	鋼板鉄損 W _{17/50} (W/kg)		
	C	Si	Mn	S	Se				θ (°)	H (mm)				
1-1	0.0007	3.62	0.12	0.0030	0.0020	0.58	3.43	1.64	2.6	1.6	無し	0.821	0.952	発明例
1-2	0.0007	3.62	0.12	0.0090	0.0020	0.16	5.01	1.19	1.8	2.4	無し	0.819	0.934	発明例
1-3	0.0008	3.62	0.12	0.0030	0.0080	2.33	1.70	1.82	2.6	1.7	有り	0.826	0.971	発明例
1-4	0.0008	3.62	0.12	0.0090	0.0100	0.95	3.55	1.88	2.1	2.0	無し	0.822	0.950	発明例
1-5	0.0010	3.62	0.12	0.0060	0.0110	1.10	3.69	1.69	2.0	1.9	有り	0.820	0.974	発明例

請求の範囲

[請求項1] 母材鋼板の表面上にフォスファイトを主体とする下地被膜を有する方向性電磁鋼板において、
上記母材鋼板は、C : 0.0050 mass %以下、Si : 2.0～8.0 mass %およびMn : 0.02～1.0 mass %を含有し、
残部がFeおよび不可避免的不純物からなる成分組成を有し、
上記母材鋼板の内部に存在する直径が $0.5\mu\text{m}$ 以上 $3.0\mu\text{m}$ 以下の介在物の個数密度が $1.0\text{個}/\text{mm}^2$ 以上 $20.0\text{個}/\text{mm}^2$ 以下であることを特徴とする方向性電磁鋼板。

[請求項2] 上記方向性電磁鋼板は、下地被膜付きの状態で、S : 0.0005～0.0100 mass %およびSe : 0.0005～0.0100 mass %を含有し、
グロー放電発光分析で鋼板表面から板厚方向のSeとSの濃度分布を測定したとき、SeおよびSそれぞれの発光強度プロファイルのピークが下地被膜と母材鋼板との界面に存在し、かつ、Seの発光強度のピーク値 I_{Se} とSの発光強度のピーク値 I_S が下記(1)式を満たすことを特徴とする請求項1に記載の方向性電磁鋼板。

記

$$I_{Se}/I_S \leq 1.0 \quad \cdots (1)$$

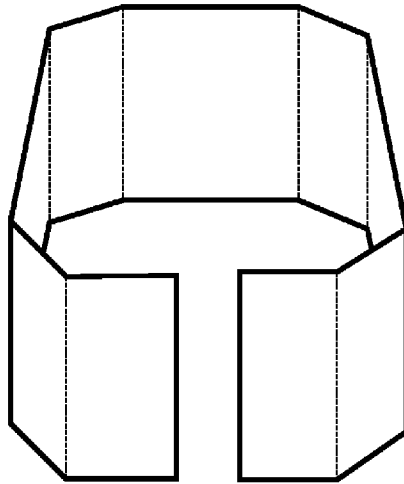
[請求項3] 上記母材鋼板の内部に存在する直径が $5.0\mu\text{m}$ 超の介在物の個数密度が $2.0\text{個}/\text{mm}^2$ 以下であることを特徴とする請求項1または2に記載の方向性電磁鋼板。

[請求項4] 上記母材鋼板は、上記成分に加えてさらに、Sn : 0.005～0.500 mass %、Cr : 0.005～0.500 mass %、Cu : 0.01～0.50 mass %、Ag : 0.001～0.050 mass %、Au : 0.001～0.050 mass %、Ni : 0.01～0.50 mass %、Bi : 0.005～0.500 mass %、P : 0.005～0.50 mass %、Sb : 0.005～0.5

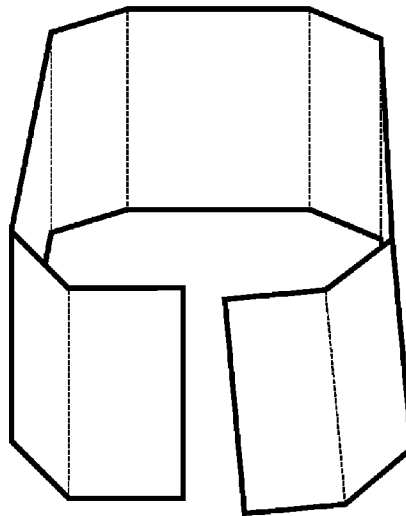
0 mass%、Mo : 0.005 ~ 0.50 mass%、B : 0.0001 ~ 0.00250 mass%、Nb : 0.001 ~ 0.020 mass%、Ti : 0.0005 ~ 0.0400 mass%、V : 0.001 ~ 0.020 mass%、As : 0.0010 ~ 0.0200 mass%、Zn : 0.001 ~ 0.020 mass%、Pb : 0.0001 ~ 0.0100 mass%、W : 0.0010 ~ 0.0100 mass%、Co : 0.002 ~ 0.050 mass%、Ga : 0.0001 ~ 0.0050 mass%、Ge : 0.0001 ~ 0.0050 mass%、Ca : 0.001 ~ 0.020 mass%、Nd : 0.001 ~ 0.020 mass%、La : 0.001 ~ 0.020 mass%、Ce : 0.001 ~ 0.020 mass%、Pr : 0.001 ~ 0.020 mass%、Dy : 0.001 ~ 0.020 mass%およびHf : 0.001 ~ 0.020 mass%のうちから選ばれる少なくとも1種の成分を含有することを特徴とする請求項1 ~ 3のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板。

[請求項5] 請求項1 ~ 4のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板からなる巻鉄心。

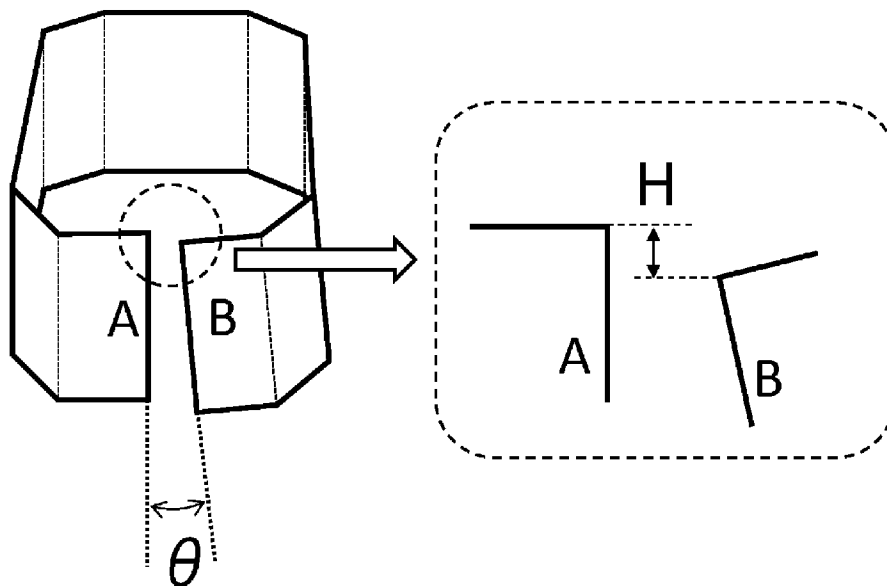
[図1]



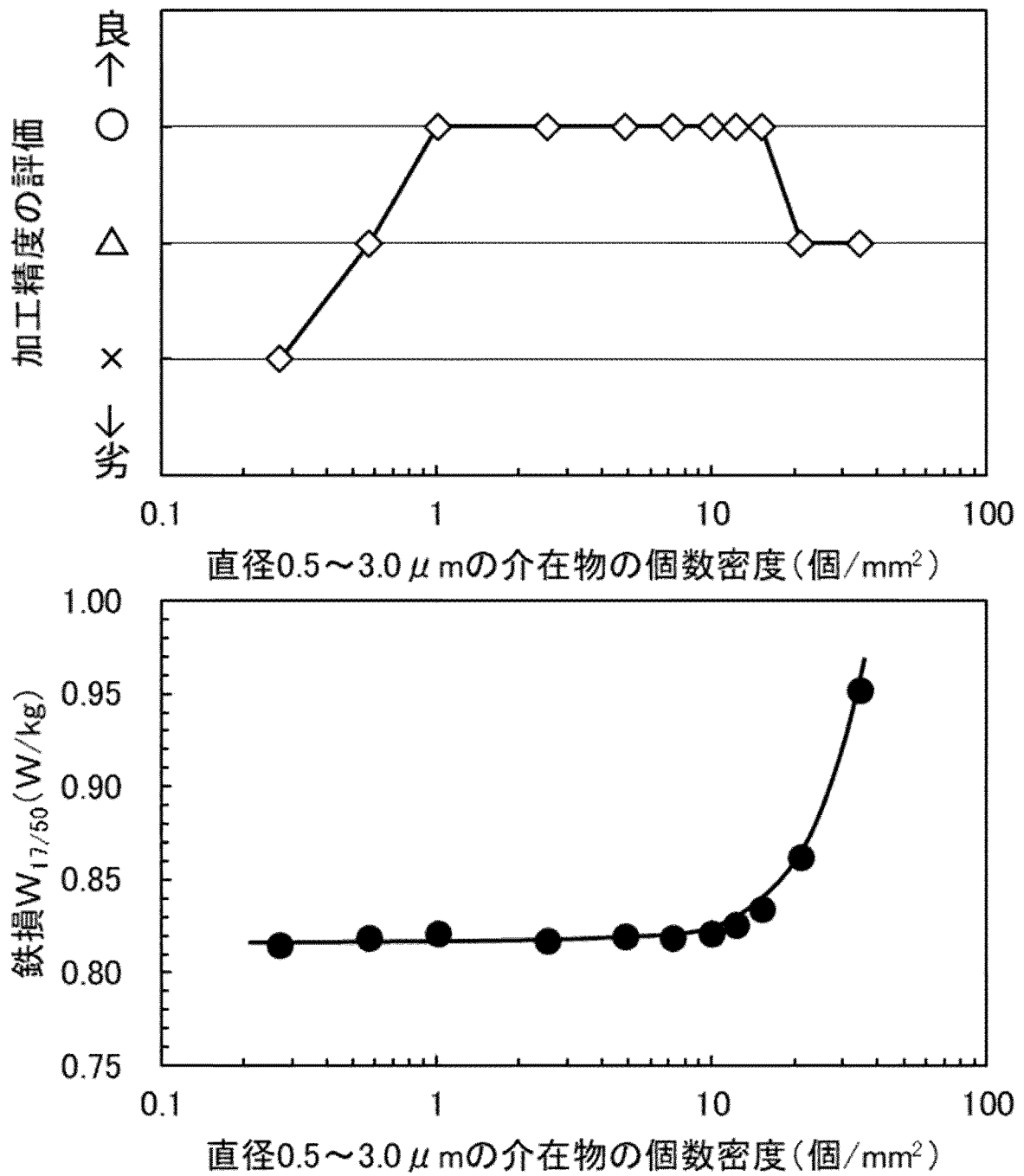
[図2]



[図3]



[図4]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2024/012849

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER <i>C22C 38/00</i> (2006.01)i; <i>C22C 38/04</i> (2006.01)i; <i>C22C 38/60</i> (2006.01)i; <i>H01F 1/147</i> (2006.01)i; <i>H01F 27/245</i> (2006.01)i; <i>C21D 8/12</i> (2006.01)n FI: C22C38/00 303U; C22C38/04; C22C38/60; H01F1/147 183; H01F27/245 155; 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) C22C38/00-C22C38/60; H01F1/147; H01F27/245; C21D8/12; C21D9/46 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 2006-152387 A (JFE STEEL CORPORATION) 15 June 2006 (2006-06-15) entire text, all drawings	1-5
A	JP 2012-102344 A (JFE STEEL CORPORATION) 31 May 2012 (2012-05-31) entire text, all drawings	1-5
A	JP 2020-508391 A (POSCO) 19 March 2020 (2020-03-19) entire text, all drawings	1-5
P, A	CN 115896602 A (LYSTEEL CO., LTD.) 04 April 2023 (2023-04-04) entire text, all drawings	1-5
☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: “A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance “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 13 June 2024		Date of mailing of the international search report 25 June 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/JP2024/012849

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP	2006-152387	A	15 June 2006	US 2009/0101248 A1 entire text, all drawings WO 2006/059740 A1 EP 1818420 A1 TW 200627482 A CN 101048523 A KR 10-2007-0057256 A	

JP	2012-102344	A	31 May 2012	(Family: none)	

JP	2020-508391	A	19 March 2020	US 2021/0130937 A1 entire text, all drawings WO 2018/117643 A1 EP 3561103 A1 KR 10-2018-0073323 A CN 110100024 A	

CN	115896602	A	04 April 2023	(Family: none)	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））
C22C 38/00(2006.01)i; C22C 38/04(2006.01)i; C22C 38/60(2006.01)i; H01F 1/147(2006.01)i;
H01F 27/245(2006.01)i; C21D 8/12(2006.01)n
FI: C22C38/00 303U; C22C38/04; C22C38/60; H01F1/147 183; H01F27/245 155; C21D8/12 B

B. 調査を行った分野
調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））
C22C38/00-C22C38/60; H01F1/147; H01F27/245; C21D8/12; C21D9/46
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの
日本国実用新案公報 1922-1996年
日本国公開実用新案公報 1971-2024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
国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2006-152387 A（J F E スチール株式会社）15.06.2006（2006 - 06 - 15） 全文, 全図	1-5
A	JP 2012-102344 A（J F E スチール株式会社）31.05.2012（2012 - 05 - 31） 全文, 全図	1-5
A	JP 2020-508391 A（ポスコ）19.03.2020（2020 - 03 - 19） 全文, 全図	1-5
P, A	CN 115896602 A（LYSTEEL CO., LTD.）04.04.2023（2023 - 04 - 04） 全文, 全図	1-5

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☒ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー
“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
“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
“E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
“L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
“P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献

“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と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
“X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
“Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
“&” 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日
13.06.2024

国際調査報告の発送日
25.06.2024

名称及びあて先
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

権限のある職員（特許庁審査官）

鈴木 葉子 4K 3557

電話番号 03-3581-1101 内線 3435

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2024/012849

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP	2006-152387	A	15.06.2006	US 2009/0101248 A1 全文, 全図 WO 2006/059740 A1 EP 1818420 A1 TW 200627482 A CN 101048523 A KR 10-2007-0057256 A	
JP	2012-102344	A	31.05.2012	(ファミリーなし)	
JP	2020-508391	A	19.03.2020	US 2021/0130937 A1 全文, 全図 WO 2018/117643 A1 EP 3561103 A1 KR 10-2018-0073323 A CN 110100024 A	
CN	115896602	A	04.04.2023	(ファミリーなし)	