

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号  
特許第7662030号  
(P7662030)

(45)発行日 令和7年4月15日(2025.4.15)

(24)登録日 令和7年4月7日(2025.4.7)

(51)国際特許分類		F I			
C 2 1 D	9/46 (2006.01)	C 2 1 D	9/46	5 0 1	
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 1 (全8頁)

(21)出願番号	特願2023-513544(P2023-513544)	(73)特許権者	000001258 J F E スチール株式会社 東京都千代田区内幸町二丁目 2 番 3 号
(86)(22)出願日	令和4年10月18日(2022.10.18)	(74)代理人	100147485 弁理士 杉村 憲司
(86)国際出願番号	PCT/JP2022/038828	(74)代理人	230118913 弁理士 杉村 光嗣
(87)国際公開番号	WO2023/074476	(74)代理人	100165696 弁理士 川原 敬祐
(87)国際公開日	令和5年5月4日(2023.5.4)	(74)代理人	100195556 弁理士 柿沼 公二
審査請求日	令和5年2月24日(2023.2.24)	(72)発明者	河原 魁 東京都千代田区内幸町二丁目 2 番 3 号 J F E スチール株式会社内
(31)優先権主張番号	特願2021-178359(P2021-178359)	審査官	鈴木 葉子
(32)優先日	令和3年10月29日(2021.10.29)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 方向性電磁鋼板の製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

冷間圧延を施して最終板厚とした鋼板に、脱炭焼鈍を施した後、前記鋼板の表面に、Mg O : 100質量部に対しTiの酸化物を1.0 ~ 20質量部含有する焼鈍分離剤を塗布して乾燥させたのち、前記鋼板を仕上げ焼鈍炉内にコイルの状態にて収容して仕上げ焼鈍を施し、方向性電磁鋼板を得るに際し、

前記仕上げ焼鈍の昇温過程において、前記コイルの最高温度が1100 に到達した時点の雰囲気をもとに、前記コイルの最高温度が1100 に到達した時点から、コイルの最高温度および最低温度の温度差が75 以内になっていてかつ8時間以上であって15時間が経過するまでに、前記H<sub>2</sub> : 100vol%の雰囲気をもとに、5vol%以上のN<sub>2</sub> を含有するH<sub>2</sub>雰囲気へと変更する、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】

本発明は、優れた磁気特性を有する方向性電磁鋼板の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

方向性電磁鋼板は、その圧延方向に極めて優れた磁気特性を有して、主に変圧器内部の鉄心用材料等に用いられている。近年、かかる変圧器等のエネルギー使用効率向上のため、方向性電磁鋼板には、さらなる磁気特性の向上が要求されている。

## 【0003】

ここで、かかる磁気特性の向上の方策の一つとして、方向性電磁鋼板に二次再結晶を促すことが挙げられる。この二次再結晶を促す仕上げ焼鈍に際しては、鋼板同士の固着の改善やフォスフェイト下地被膜の生成促進のために、Tiを含有した焼鈍分離剤を鋼板表面に塗布することが知られている。その際、かかる焼鈍分離剤に含有されるTiが鋼板に侵入して、下地被膜の生成状況や磁気特性を劣化させ得ることが、併せて知られている。

## 【0004】

そして、かかる問題を解決する方策として、特許文献1には、方向性電磁鋼板の製造中、純化焼鈍（仕上げ焼鈍）の雰囲気、1150～1250の温度範囲においてH<sub>2</sub>とN<sub>2</sub>の混合雰囲気とすることにより、鋼中へのTiの侵入や残留を防止するといった技術が開示されている。

10

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0005】

【文献】特開平5-195072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、純化焼鈍を兼ねた仕上げ焼鈍では、鋼板をコイル状にして焼鈍炉内に収容して長時間の焼鈍を行うのが通例である。かような仕上げ焼鈍において、前記特許文献1の記載に従って純化焼鈍を行った場合、図1に示すようにかかる焼鈍の際のコイルの中巻部および内巻部については鋼中へのTiの侵入や残留が防止されていたものの、外巻部については鋼中のTi量が多く、鋼全体としてTi量にばらつきがみられた。

20

## 【0007】

本発明は、以上の事情に鑑みてなされたものであって、下地被膜の生成状況が良好であって優れた磁気特性を有する方向性電磁鋼板を得るための方向性電磁鋼板の製造方法を提供することを課題とするものである。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0008】

本発明者は、上記の課題を解決するため鋭意検討を重ねた結果、方向性電磁鋼板に二次再結晶を促す仕上げ焼鈍工程において、鋼板で構成されるコイルの温度と雰囲気ガスを制御することにより、鋼板表面に塗布された焼鈍分離剤に含まれるTiの鋼板への侵入量や鋼中のTiの残留量を効果的に低減させるとともに、そのばらつきを防ぐことができ、ひいては、下地被膜の生成状況が良好であって優れた磁気特性を有する方向性電磁鋼板が得られることを見出し、本発明をするに至った。

30

## 【0009】

本発明の構成要旨は以下のとおりである。

1. 冷間圧延を施して最終板厚とした鋼板に、脱炭焼鈍を施した後、前記鋼板の表面に、MgO：100質量部に対しTiの酸化物を1.0～20質量部含有する焼鈍分離剤を塗布して乾燥させたのち、前記鋼板を仕上げ焼鈍炉内にコイルの状態に収容して仕上げ焼鈍を施し、方向性電磁鋼板を得るに際し、

40

前記仕上げ焼鈍の昇温過程において、前記コイルの最高温度が1100に到達した時点の雰囲気をH<sub>2</sub>：100vol%の雰囲気とし、前記コイルの最高温度が1100に到達した時点から、コイルの最高温度および最低温度の温度差が75以内になっていてかつ15時間が経過するまでに、前記H<sub>2</sub>：100vol%の雰囲気を、5vol%以上のN<sub>2</sub>を含有するH<sub>2</sub>雰囲気へと変更する、方向性電磁鋼板の製造方法。

## 【発明の効果】

## 【0010】

この発明によれば、仕上げ焼鈍の昇温過程において、かかる仕上げ焼鈍の雰囲気を、H<sub>2</sub>雰囲気からN<sub>2</sub>を含有する雰囲気に変更する時間に上限を持たせるとともに、コイル内の温

50

度差を低減してから上記の通り雰囲気を変更することで、コイル全体の鋼中へのTiの残留およびそのばらつきを効果的に抑制でき、下地被膜の生成状況が良好であって優れた磁気特性を有する方向性電磁鋼板を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図1】従来のコイル状にした鋼板の、外巻、中巻、内巻における鋼板中Ti分析値を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0012】

以下、本発明の詳細を説明する。

本発明の方向性電磁鋼板の製造方法は、特に、仕上げ焼鈍の条件に特徴を有するものである。なお、以下、単に鋼板といった場合は、方向性電磁鋼板を意味する。

【0013】

本発明の製造方法では、冷間圧延を施して最終板厚とした鋼板に、脱炭焼鈍を施した後、MgO：100質量部に対しTiの酸化物を1.0～20質量部含有する焼鈍分離剤を塗布して乾燥させたのち、仕上げ焼鈍を施す。

ここで、上記最終板厚とは、方向性電磁鋼板として一般に用いられる板厚であって、具体的には、0.35mm以下の範囲が好ましい。

【0014】

本発明における上記冷間圧延では、方向性電磁鋼板の製造に通常用いられる冷間圧延の条件を、特に制限されずに用いることができる。

【0015】

また、本発明における上記脱炭焼鈍では、方向性電磁鋼板の製造に通常用いられる脱炭焼鈍の条件を、特に制限されずに用いることができる。

【0016】

本発明の製造方法では、MgO：100質量部に対しTiの酸化物を1.0～20質量部含有する焼鈍分離剤を用いる。

上記Tiの酸化物は、特に制限されないが、TiO<sub>2</sub>が好ましい。

上記焼鈍分離剤中、MgO：100質量部に対するTiの酸化物の含有量が1.0質量部未満であると、最終焼鈍時の被膜形成が不十分となる。一方、上記焼鈍分離剤中、MgO：100質量部に対するTiの酸化物の含有量が20質量部を超えると、鋼中へのTiの侵入が増加し、磁性劣化をもたらす。同様の観点から、焼鈍分離剤中、MgO：100質量部に対するTiの酸化物の含有量は、2.0質量部以上が好ましく、また、10質量部以下が好ましく、8質量部以下がより好ましい。

【0017】

本発明において、前記焼鈍分離剤の塗布としては、方向性電磁鋼板の製造に通常用いられる焼鈍分離剤の塗布の方法や条件を、特に制限されずに用いることができる。

また、前記焼鈍分離剤の乾燥としては、方向性電磁鋼板の製造に通常用いられる焼鈍分離剤の乾燥の方法や条件を、特に制限されずに用いることができる。

【0018】

本発明の製造方法では、鋼板の表面に塗布した焼鈍分離剤を塗布して乾燥させたのち、鋼板を仕上げ焼鈍炉内にコイルの状態で収容して、仕上げ焼鈍を施す。そして、前記仕上げ焼鈍の昇温過程において、少なくともコイルの最高温度が1100 に到達した時点の雰囲気、H<sub>2</sub>：100vol%の雰囲気とする必要がある。

かかる条件を満足しない場合は、窒素が鋼板中に侵入し、磁性を劣化させるからである。なお、本発明では、コイルの最高温度が1100 に到達する前からH<sub>2</sub>：100vol%の雰囲気としたまま、コイルの最高温度を1100 に到達させ、昇温を継続してもよい。

また、本発明において、コイルの最高温度は、サンプルコイルの底部に、外巻側と中巻中央部の2ヶ所に当たるように熱電対をそれぞれ配置し、これら熱電対のうち、外巻側に当たる熱電対により測定される温度と定義する。一方、コイルの最低温度は、中巻中央部

10

20

30

40

50

の熱電対により測定される温度と定義する。

【0019】

さらに、本発明の製造方法では、仕上げ焼鈍の昇温過程において、前記コイルの最高温度が1100 に到達した時点から、コイルの最高温度および最低温度の温度差が75 以内となっていてかつ15時間が経過するまでに、前記H<sub>2</sub>:100vol%の雰囲気気を、5vol%以上のN<sub>2</sub>を含有するH<sub>2</sub>雰囲気気に変更する。

本発明では、N<sub>2</sub>を含有するH<sub>2</sub>雰囲気気に変更するタイミングの起算点を、コイルの最高温度が1100 に到達した時点とする。かかるタイミングの起算点を1100 に到達した時点とするのは、それよりも温度が低いと、焼鈍分離剤中のTiの酸化物（特に酸化チタン）が分解しておらず、TiNとして被膜中に固定できていないからである。

10

【0020】

また、コイルの最高温度が1100 に到達した時点から、H<sub>2</sub>:100vol%の雰囲気気をN<sub>2</sub>を含有するH<sub>2</sub>雰囲気気へと変更する時間は、15時間以内とする。かかる時間が15時間を超えると、Tiが鋼板中に侵入し、磁性を劣化させるからである。同様の観点から、コイルの最高温度が1100 に到達した時点から、H<sub>2</sub>:100vol%の雰囲気気をN<sub>2</sub>を含有するH<sub>2</sub>雰囲気気へと変更する時間は、12時間以内が好ましく、10時間以内がより好ましい。一方、かかる時間の下限は、典型的には、コイルの最高温度および最低温度の温度差が75 以内になった時である。また、かかる時間の下限は、具体的には、8時間程度である。かかる時間が8時間に満たないと、チタンと窒素の反応が不十分となるおそれがある。なお、本発明で用いるコイルの状態にした鋼板は、その寸法が極めて大きい場合もある。そして、かかる場合には通常、コイルの最高温度が1100 に到達した時点で、コイルの最高温度および最低温度の差が75 以内になっていることはなく、かかる差が75 以内になるには、ある程度の時間が必要である。

20

【0021】

本発明において、コイルの最高温度が1100 に到達した時点から、H<sub>2</sub>:100vol%の雰囲気気をN<sub>2</sub>を含有するH<sub>2</sub>雰囲気気へと変更するタイミングでは、コイルの最高温度および最低温度の温度差が75 以内になっていることが肝要である。すなわち、コイルの最高温度が1100 に到達した時点から遅くとも15時間が経過するまでに、コイルの最高温度および最低温度の温度差が75 以内になっていることが肝要である。

上記の最高温度および最低温度の温度差が75 を超えた状態で雰囲気気を変更すると、コイル内巻で下地被膜の生成状況が悪くなる。一方、雰囲気気を変更するタイミングでのコイルの最高温度および最低温度の温度差は、小さいほどよく、0 であって良い。なお、工業的には50 程度である。

30

また、上記のような温度差に制御するためには、適切なタイミングで外部からの入熱、特に外巻側への入熱を抑制する方法を適用することが有効である。

【0022】

さらに、上記変更後のN<sub>2</sub>を含有するH<sub>2</sub>雰囲気気は、5vol%以上のN<sub>2</sub>を含有する雰囲気気とする。かかるN<sub>2</sub>量が5vol%に満たないと、チタンとの反応が不十分となるからである。一方、かかるN<sub>2</sub>量の上限は、特に制限されないが、生産性を考えると25vol%程度以下である。同様の観点から、上記変更後のH<sub>2</sub>雰囲気気におけるN<sub>2</sub>の含有量は、8vol%以上であることが好ましく、また、20vol%以下であることが好ましく、15vol%以下であることがより好ましい。

40

【0023】

本発明では、コイルの外巻を、コイルの最外周からコイル半径の20%の範囲と規定する。また、本発明では、コイルの内巻を、コイルの最内周からコイル半径の20%の範囲と規定する。また、本発明では、コイルの中巻を、コイルの外巻および内巻を除いた範囲と規定する。

【0024】

また、本発明において、コイルの外巻部、内巻部、中巻部とは、上記それぞれの範囲を持った箇所と規定する。

50

## 【0025】

以上に記載した仕上げ焼鈍の条件以外の仕上げ焼鈍に係る条件としては、特に制限されず、常法に従うことができる。

また、上述されていない鋼板にかかる製造方法の条件に関しては、いずれも常法に依ることができる。

## 【実施例】

## 【0026】

冷間圧延を施して板厚：0.23mmとした鋼板に、脱炭焼鈍を施した後、鋼板の表面に、MgO：100質量部に対しTiO<sub>2</sub>を5質量部含有する焼鈍分離剤を塗布して乾燥させたのち、鋼板をコイルの状態で仕上げ焼鈍炉内に収容して、仕上げ焼鈍を施し、方向性電磁鋼板を製造した。

10

ここで、仕上げ焼鈍に際しては、コイルの底部に、外巻部と中巻中央部の2ヶ所に当たるように熱電対をそれぞれ配置した。そして、かかる仕上げ焼鈍は、コイルの最高温度（外巻部の温度）が1100 に到達した時点でH<sub>2</sub>：100vol%の雰囲気とし、表1に示すタイミングで、H<sub>2</sub>：100vol%の雰囲気を、10vol%のN<sub>2</sub>を含有するH<sub>2</sub>雰囲気へと変更した。その後、コイルの最高温度が1200 に到達したところでH<sub>2</sub>：100vol%の雰囲気に変更し、10h保持したのち降温した。

得られた方向性電磁鋼板（コイル）におけるTi量について、エネルギー分散型X線分析（EDX）を用い、あらかじめ作成した検量線に従って測定した。表1に、コイルの外巻部におけるTi量（Ti残存量）を示す。

20

## 【0027】

また、得られた方向性電磁鋼板（コイル）における鉄損について、励磁周波数：50Hzの交流磁場で1.7Tまで磁化したときの鋼板1kgあたりの鉄損W<sub>17/50</sub>を測定した。表1に、コイルの外巻部における鉄損W<sub>17/50</sub>を示す。

## 【0028】

また、得られた方向性電磁鋼板（コイル）について、下地被膜の生成状況を、目視により観察した。表1に、観察結果を示す。

## 【0029】

30

40

50

【表 1】

No.	雰囲気変更のタイミング		コイル外巻部		下地被膜の生成状況	備考
	経過時間(*1) [h]	コイル内温度差 (最高 - 最低) [°C]	Ti量 [ppm]	鉄損 $W_{17/50}$ [W/kg]		
1	20	20	40	0.92	全長にわたり良好	比較例
2	10	100	30	0.90	内巻にて不良	比較例
3	15	75	20	0.88	全長にわたり良好	発明例
4	10	50	15	0.86	全長にわたり良好	発明例

(\*1) コイルの最高温度が1100°Cに到達した時点からの経過時間

表 1

## 【 0 0 3 0 】

表 1 より、 $H_2$  雰囲気から  $N_2$  を含有する雰囲気に変更する時間に上限を持たせるとともに、かかる雰囲気の変更時にコイル内の温度差を低減しておくことで、コイル全体の鋼中への Ti の残留（特にコイル外巻部への Ti の残留）およびそのばらつきを抑制することができるので、下地被膜の生成状況が良好であってかつ優れた磁気特性を有する方向性電磁鋼板が得られていることが分かる。

10

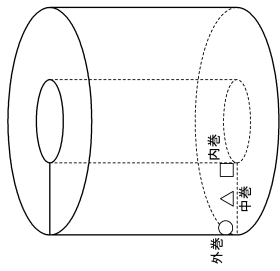
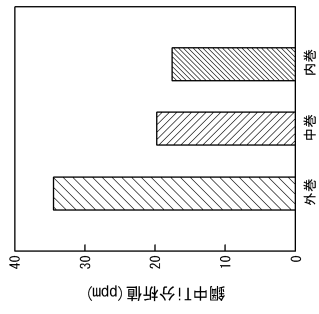
20

30

40

50

【図面】  
【図 1】



10

20

30

40

50

---

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2015-175036(JP,A)  
特開2012-031512(JP,A)  
国際公開第2017/006955(WO,A1)  
特開昭64-075627(JP,A)  
特開2004-285442(JP,A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)  
C21D 8/12, 9/46  
H01F 1/147