

(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  
2016年6月30日(30.06.2016)



(10) 国際公開番号

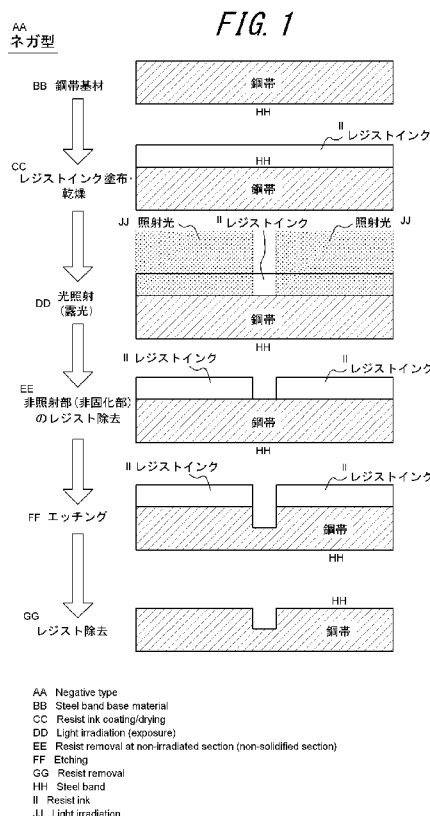
WO 2016/103668 A1

- (51) 国際特許分類:  
C25F 3/06 (2006.01) C23F 1/00 (2006.01)  
C21D 8/12 (2006.01) H01F 1/16 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/006332
- (22) 国際出願日: 2015年12月18日(18.12.2015)
- (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 2014-262886 2014年12月25日(25.12.2014) 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: 小林 弘和(KOBAYASHI, Hirokazu); 〒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: 杉村 憲司(SUGIMURA, Kenji); 〒1000013 東京都千代田区霞が関三丁目2番1号 霞が関コモンゲート西館36階 Tokyo (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, 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, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, 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, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, 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,

[続葉有]

(54) Title: LINEAR GROOVE FORMATION METHOD FOR STEEL STRIPS AND PRODUCTION METHOD FOR ORIENTED ELECTROMAGNETIC STEEL PLATES

(54) 発明の名称: 鋼帯の線状溝形成方法および方向性電磁鋼板の製造方法



(57) Abstract: A resist coating film for etching having a pattern formed thereupon can be obtained at high speed and with high precision as a result of: coating, on to a steel band, a negative resist ink that hardens when exposed; drying same and forming a resist coating film; then irradiating light while moving, in synchronization with the travel speed of the steel band, a mask member that covers the resist coating film surface and blocks light; solidifying the resist coating film not covered by the mask member; and then removing the resist coating film other than the solidified section, by using a developing solution. In addition, a fine and uniform linear groove can be formed on the surface of the steel band, by dissolving and removing the portion of the steel band having the resist coating film removed by etching.

(57) 要約: 鋼帯に対し、感光して固化するネガ型のレジストインクを塗布し、乾燥してレジスト被膜を形成したのち、該レジスト被膜を覆って光を遮断するマスク部材を、鋼帯の走行速度と同期させて移動させながら光照射を行って、上記マスク部材で覆われないレジスト被膜を固化させたのち、現像液にて該固化部分以外のレジスト被膜を除去することにより、高速かつ高精度にパターン形成されたエッチング用のレジスト被膜を得ることができ、さらにエッチングにより該レジスト被膜を除去した部分の鋼帯を溶解、除去することによって、鋼帯の表面に、微細で均一な線状溝を形成することができる。



---

MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, 添付公開書類:  
TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, — 国際調査報告 (条約第 21 条(3))  
KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

## 明 細 書

発明の名称：

鋼帯の線状溝形成方法および方向性電磁鋼板の製造方法

### 技術分野

[0001] 本発明は、変圧器などの電気機器における鉄心などに用いられる方向性電磁鋼板などの鋼帯に対する線状溝の形成方法、およびこの線状溝形成方法を利用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、主に変圧器の鉄心用材料として用いられ、その磁気特性が良好であることが要求される。特に、鉄心として使用する場合は、エネルギー損失を小さくするために、磁気特性の中でも鉄損を小さくすることが求められる。

[0003] 従来、鉄損を小さくする方法として、Siの含有量を上げて鋼板の電気抵抗を増大させることや、結晶方位を(110)[001]方位に高度に揃えること、鋼板の板厚を薄くすることなどが試みられてきた。

[0004] しかし、上記した冶金学的な方法のみによる鉄損低減には限界があった。そこで、さらに鉄損を低減させる方法として、人為的に磁区を細分化する手法が提案された。

[0005] 磁区の細分化方法には、特許文献1に記載されたように、仕上げ焼鈍済みの鋼板表面にレーザーを照射する方法がある。しかしながら、この方法は、レーザー照射後の鉄損改善には効果があるものの、その後施される歪取り焼鈍によって鉄損の劣化をきたすという問題がある。そのため、歪取り焼鈍を必須とする巻鉄心用の電磁鋼板に対してこの方法を適用することは好ましくない。

[0006] 一方、歪取り焼鈍を行っても鉄損の劣化を抑制できる技術として、特許文献2には、レジストインクを線状にパターン塗布した後、エッチングを行って線状溝を形成する手法が開示されている。

[0007] さらに、ネガ型のフォトエッチング用レジストを塗布して、精密な線状溝パターンを形成して線状溝を形成する方法が特許文献3に記載されている。

また、特許文献4には、ポジ型レジストを塗布して線状溝パターンを形成し、これを利用して線状溝を形成する方法が記載されている。

## 先行技術文献

## 特許文献

[0008] 特許文献1：特公昭57-2252号公報

特許文献2：特許第2942074号公報

特許文献3：特許第3488333号公報

特許文献4：特公平5-69284号公報

## 発明の概要

## 発明が解決しようとする課題

[0009] しかしながら、特許文献2に記載の方法では、レジストインクの塗布段階において、線状溝が潰れていたり、途切れていたりすると、エッチングにおいて均一な線状溝が形成されず、磁気特性にばらつきが生じてしまうといった問題があった。

[0010] また、特許文献2に記載されたような、コーティングにより線状パターンを形成する方法においては、レジストインクの塗布部と未塗布部との境界付近では、レベリング作用によってレジストインクが流れてしまうため、膜厚が薄くなって十分な絶縁性が確保できないといった問題があった。

なお、上記したレジストインクの流れに起因した問題を解決するために、エッチング処理時間を短縮しようと、最初から強力なエッチング処理を施すと、レジストインクの塗布部と未塗布部との境界付近の薄膜部分で溝形状にムラができてしまうという別の問題が生じる。

[0011] さらに、より細い形状の溝パターンを作製し、エッチング負荷を低減しようとした場合には、パターン塗布したレジストインクが濡れ広がって、未塗布部が潰れてしまうため、未塗布部にはある程度幅のある太いパターンを形

成しなければならないといった問題があった。

[0012] また、特許文献3では、連続して走行する鋼帯に対して露光する方法については何ら考慮されておらず、小さな切板を製作する方法に留まっている。そのため、帯状大面積の鋼帯に対して細い線状溝パターンを形成することが求められる磁区細分化技術の用途では、使用できなかった。

[0013] ここで、鋼帯に線状溝を形成する場合には、鋼帯のエッチング工程が必要であるが、電解エッチングを施す際には、鋼帯に強い絶縁性が付与されていなければならない。

しかしながら、特許文献4のようにポジ型のレジストインクを用いた場合は、露光した部分が反応して、可溶化する方式であるため、除去した部分以外のレジスト被膜は、強い絶縁性を有していない。

そこで、レジスト被膜を強力に固化して鋼帯に強い絶縁性を持たせるために、再度焼付け処理を施す必要がある。すなわち、ポジ型のレジストインクを用いる場合には、新たに焼付け工程を追加しなければいけないという問題が残っている。

[0014] 本発明は、上記した問題を有利に解決するもので、連続的に走行する鋼帯上に、ネガ型のフォトエッチング用レジストインクを乾燥させて得たレジスト被膜を、高速かつ高精度にパターン形成し、それをエッチングすることによって微細で均一な線状溝を形成することができる鋼帯の線状溝形成方法を提供することを目的とする。

また、本発明は、上記した線状溝形成方法を利用して、方向性電磁鋼板用の鋼帯に線状溝を形成することにより、最終的に高い磁気特性を有する方向性電磁鋼板を得ることができる方向性電磁鋼板の製造方法を提供することを目的とする。

### 課題を解決するための手段

[0015] すなわち、本発明の要旨構成は次のとおりである。

1. 連続して走行する鋼帯に対し、感光して固化するネガ型のレジストインクを塗布し、乾燥してレジスト被膜を形成したのち、該レジスト被膜面を覆

って光を遮断するマスク部材を鋼帯の走行速度と同期させて移動させながら光照射を行って、上記マスク部材で覆われないレジスト被膜を固化させたのち、現像液にて該固化部分以外のレジスト被膜を除去し、さらにエッチングにより該レジスト被膜を除去した部分の鋼帯を溶解、除去して線状溝を形成する鋼帯の線状溝形成方法。

[0016] 2. 前記鋼帯に近接し、かつ該鋼帯の進行方向に並列に配置した一对の回転ロールに、無端ベルト状の前記マスク部材を掛け回して回動移動させるものとし、その際、該マスク部材の回動移動速度を、該鋼帯の走行速度と同期させる前記1に記載の鋼帯の線状溝形成方法。

[0017] 3. 前記マスク部材を円筒形にし、該円筒形としたマスク部材を、その軸心が前記鋼帯の幅方向に平行として、該鋼帯に近接して配置し、この配置位置にて該円筒形のマスク部材を、該軸心を回転軸として回転させるものとし、その際、該円筒形のマスク部材の周速を、該鋼帯の走行速度と同期させる前記1に記載の鋼帯の線状溝形成方法。

[0018] 4. 前記レジスト被膜の膜厚を $15\mu\text{m}$ 以下とする前記1～3のいずれかに記載の鋼帯の線状溝形成方法。

[0019] 5. 前記マスク部材と、前記レジスト被膜とのギャップを $150\mu\text{m}$ 以下とする前記1～4のいずれかに記載の鋼帯の線状溝形成方法。

[0020] 6. 前記固化部分以外の非固化部分の幅を、 $20\mu\text{m}$ 以上 $500\mu\text{m}$ 以下とする前記1～5のいずれかに記載の鋼帯の線状溝形成方法。

[0021] 7. 前記線状溝を、鋼帯の幅方向に対する角度が $30^\circ$ 以下で、かつ鋼帯長手方向に $20\text{mm}$ 以下のピッチで形成する前記1～6のいずれかに記載の鋼帯の線状溝形成方法。

[0022] 8. 前記線状溝の溝深さを $5\mu\text{m}$ 以上とする前記1～7のいずれかに記載の鋼帯の線状溝形成方法。

[0023] 9. 含けい素鋼スラブを、加熱後、熱間圧延して熱延板とし、必要に応じて熱延板焼鈍を施したのち、1回または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延を施して鋼帯とし、ついで該鋼帯に脱炭焼鈍を施したのち、焼鈍分離剤を塗布

してから、最終仕上げ焼鈍を施す一連の工程によって方向性電磁鋼板を製造するに当たり、

上記冷間圧延後の鋼帯に対して、前記 1～8 のいずれかに記載の線状溝形成方法を適用して、該鋼帯の表面に線状溝を形成する方向性電磁鋼板の製造方法。

### 発明の効果

[0024] 本発明によれば、連続的に走行する鋼帯上に、ネガ型のフォトリソグラフィ用レジストを用いたレジスト被膜を、高速かつ高精度にパターン形成して、微細で均一な線状溝を形成することができ、しかもエッチング後に再焼付けの必要がない。その結果、省工程の下で、極めて高い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

[0025] [図1]本発明の実施工程を示す図である。

[図2]本発明においてレジスト被膜が薄い場合と厚い場合の様子を説明する図である。

[図3]本発明における光照射時の、マスク部材の使用の一例を説明する図である。

[図4]本発明における光照射時の、マスク部材の使用の他の例を説明する図である。

### 発明を実施するための形態

[0026] 以下、本発明を具体的に説明する。

本発明は、連続して走行（通板）する鋼帯に、図 1 に示す工程を経て、エッチング（鋼帯の溶解、除去）により線状溝を形成する方法である。

まず、本発明では、鋼帯に、塗布装置を用いて、感光して固化するネガ型のレジストインクを塗布する。その際の塗布方法は、ドライ膜厚換算で $15\mu\text{m}$ 以下の膜厚を有するレジスト被膜（本発明で、特に断らない場合は、レジスト被膜は乾燥被膜を意味する）を形成できる方式であれば特に限定されず、鋼帯への被膜塗装によく用いられるロールコーター等を使用することができ

る。その他の塗布方法としては、塗布装置の設置スペースや塗料の物性等に応じて、スリットダイ方式、カーテンコーター方式、インクジェット方式およびスプレー方式などが適宜選択できる。

また、本発明において、ネガ型のレジストインクは、液状のものでなくても使用可能であり、ドライフィルム等、予め成膜されたフィルムを鋼帯にラミネートすることによっても本発明のレジスト被膜が形成できる。

[0027] 本発明において、用いるレジストインクは、感光性の樹脂材料を調合した光照射により固化し、光照射した部分がエッチング時のマスクとして残存するネガ型のレジストインクとする。ネガ型のレジストインクを用いることで、レジストインクの塗布部や未塗布部を形成する必要があるため、インクの塗布不良によって溝パターンが途切れたり、引っ付いたりすることがなく、均一な溝パターンを形成することができる。

[0028] また、ネガ型のレジストインクを用いることで、ポジ型レジストインクのように、残存被膜を固化するために、再度の高温での焼付け処理を行わなくても、レジスト被膜自身に良好な絶縁特性が付与できる。そのため、ポジ型インクを用いた場合に比べて少ない工程にて、鋼帯の絶縁特性を高めることができるので、後述する鋼帯のエッチング処理を的確に行うことができる。

ゆえに、本発明は、低コストでかつ鮮鋭な溝パターンを作製することが可能となる。

[0029] さらに、塗布後のレジストインクの乾燥に使用する装置としては、塗料の乾燥温度を確保できれば良く、誘導加熱炉でも熱風乾燥炉でも、工場のユーティリティ環境等により適宜選択できる。

その際、レジストインクを塗布後乾燥して得られたレジスト被膜の膜厚は15 $\mu\text{m}$ 以下とすることが重要である。というのは、15 $\mu\text{m}$ 以下であれば、図2のAに示すように、光照射部以外を除去した溝形状のレジストパターンが、適切に形成できるからである。

[0030] なお、膜厚が15 $\mu\text{m}$ を超えた場合でも、エッチングする際の絶縁抵抗については問題ないレベルが確保できる。しかしながら、膜厚が15 $\mu\text{m}$ を超えた場合

は、光照射をした際に、マスクが上手く機能せず、鋼帯からの光の乱反射によりマスク下部まで露光されてしまい、レジスト被膜のパターン化が困難となる（図2のB参照）。レジスト被膜のパターン化が上手くいかないと、矩形の溝パターンが上手く形成されずにマスク部が一部固化して、レジスト被膜の除去工程後も、マスク部の底部に薄くその被膜が残存する現象が生じてしまう。かかる現象が生じると、鋼帯をエッチングする際に、通電不良によるスパークなどが生じて、エッチング不良を招来するという問題が生じる。

従って、レジスト被膜の膜厚は、好ましくは $15\mu\text{m}$ 以下とする。なお、レジスト被膜の膜厚は、より好ましくは $10\mu\text{m}$ 以下である。

一方、エッチング時の絶縁抵抗さえ確保できれば、レジスト被膜の膜厚は、更に薄くても構わないが、エッチング時の絶縁抵抗が確保されるのは $0.5\mu\text{m}$ 程度までである。

[0031] 本発明において、レジスト被膜の膜厚は、乾燥後のドライ膜厚と定義され、その膜厚は、被膜断面観察により無作為に選択した10箇所の被膜厚みの平均の膜厚を用いる。

[0032] 本発明における光照射は、レジストインクを固化させるための特定波長域の光を含んだ光で行う。ここで、特定波長域とは、具体的に、 $200\sim 400\text{nm}$ である。

[0033] また、光源としては、超高圧水銀灯、エキシマランプなど、上記特定波長域の光を照射し、十分な照射量が得られるものが挙げられる。ここで、本発明における十分な照射量は、レジストインクの硬化開始の感度にもよるが、具体的に、 $100\sim 1000\text{J}/\text{m}^2$ 程度である。

[0034] さらに、光照射装置については、超高圧水銀灯、エキシマランプなどによって、上記した所定の光を照射できる装置であれば何でもよい。

[0035] 本発明で光照射を行う際、マスク部材は、鋼帯の走行速度に同期させて移動できる方式とする。

フォトエッチングがよく使用される半導体や、電子部品などの分野では、光照射による露光処理を、基材が静止した状態で行うのが一般的であるが、

大面積の鋼帯が高速で走行する鉄鋼業界においては、光照射を静止状態で行うことは、生産性の観点から好ましくないので、基材を連続処理する必要がある。

[0036] 他方、レジストインクが固化するには、ある程度の照射時間が必要である。そのため、図3に示すように、例えば、鋼帯に近接配置とした一对の回転ロールにマスク部材を掛け回し、回転ロールを回転させることで、回転ロール間に掛け回したマスク部材を移動させる。その際、マスク部材の移動速度を、鋼帯の走行速度と同期させて光照射する方式を採用することが考えられる。本明細書では、このように回転ロール間を掛け回してマスク部材を移動させことを回動移動と呼ぶ。なお、図3中、1は鋼帯、2は回転ロール、3は光照射装置（光源）および4はマスク部材である。

[0037] 図3に示した方式で、マスク部材を鋼帯に接触させて回動移動させるようにすれば、マスク部材の移動速度と鋼帯の走行速度とを完全に同期させることが可能となる。なお、図3では2本の回転ロールに無端ベルト状のマスク部材を掛け回して鋼帯の走行速度と同期させる場合について示したが、回転ロールを1本または3本以上の複数本としても良い。また、マスク部材は、コイル状に巻き取ったベルト状のマスク部材を一方で払い出して鋼帯をマスクしたのち、他方で巻き取る等、無端ベルト状ではないマスク部材を用いてもよい。

[0038] また、図4に示すように、マスク部材を円筒形とし、マスク部材自身を、片持ち支持による回転軸で回転させることによる自転型マスク部材5とし、かかる円筒形のマスク部材の周速と鋼帯の走行速度を同期させて光照射する方式を採用することも考えられる。円筒形の形状は、マスク部材の周速を、鋼帯の走行速度に同期させて光照射を行うことができれば、特に限定はされないが、以下に述べるレジスト被膜とマスク部材とのギャップを考慮すると曲率が小さいものが好ましい。

[0039] ここで、レジスト被膜とマスク部材とのギャップ（本発明では、近接配置の範囲を意味する）であるが、本発明では $150\mu\text{m}$ 以下とすることが好ましい

。本発明のような大面積の光照射部分に対して、狭い幅をマスクする場合、レジスト被膜とマスク部材とのギャップが $150\mu\text{m}$ より大きいと、光が回折してマスク部分も露光されてしまうため、マスク部分でレジスト被膜の固化が発生し、現像後のレジストパターンが不均一となってしまうからである。より好ましくはレジスト被膜とマスク部材とのギャップは $100\mu\text{m}$ 以下であり、図3に示すように $0\mu\text{m}$ が特に好ましい。

[0040] また、本発明において良好な電磁特性を得るためには、形成する溝幅をある程度狭くすることが望ましく、エッチング時の負荷からも溝幅は狭い方が好ましい。そのため、本発明における固化部分以外（非固化部）の幅は $20\mu\text{m}$ 以上 $500\mu\text{m}$ 以下とすることが好ましい。なお、 $20\mu\text{m}$ よりも狭くすると、それに伴うマスク部材の光遮断部が狭くなって、光照射した際の光遮断が十分にできずに、全面固化してしまうおそれがある。一方、固化部分以外の幅が $500\mu\text{m}$ より広いと十分な鉄損改善効果が得られなくなるおそれがある。

[0041] なお、本発明で用いる回転ロールは、自転式、ベルト駆動式等、マスク部材の移動速度と鋼帯の走行速度を同期させることができれば、特に制限はされないが、自転方式が、走行速度の微調整が容易であることから好ましい。

[0042] また、マスク部材の材質は、レジスト被膜面を覆って、光照射時の光が遮断できれば、特に限定されない。一般的には、数ミリ厚のガラス基板上にクロム等の金属薄膜を露光するパターン形状に $0.1\sim 1\mu\text{m}$ 程度成膜したマスク部材などが用いられるが、本発明では鋼帯に同期させてマスクを移動させる観点から、フレキシブルな材料が適しており、光を透過できる透明フィルムシートなどの上にクロム等の金属薄膜を成膜したマスクを好適に用いることができる。

[0043] 線状溝の形成パターンは、鋼帯幅方向に対して $30^\circ$  以内の角度とすることが好ましい。これより角度が大きいと最終製品における鉄損改善効果が十分ではないからである。

なお、本発明において、線状とは、直線だけではなく、破断線や点の連なり線などを含むものとする。

[0044] また、線状溝の形成パターンは、鋼帯長手方向のピッチで、20mm以下の範囲とする。この範囲よりピッチが広いと十分な鉄損改善効果が得られないからである。なお、上記ピッチは、好ましくは1mm以上である。

[0045] 光照射により固化した部分以外の、非固化部のレジスト被膜の除去方法は、レジスト組成によって適宜選択されるが、有機溶剤やアルカリ系の溶液に浸漬する方法が容易である。また、上記レジスト被膜の除去速度を速めるため、事前に鋼帯を加熱する、溶液温度を上げる、溶液槽内に流れを発生させる、噴流ノズルを設けるなどの手法を講じてよい。

[0046] 次に、レジスト被膜が除去された部分の鋼帯のエッチング方法について説明する。

鋼帯のエッチングは、化学エッチング、電解エッチングどちらでもよいが、通電量により溝深さを設定できるため、電解エッチングの方が制御性は良好である。電解エッチングの場合には、NaCl水溶液、KCl水溶液等の電解浴中で行うのが好ましいが、詳細な限定は必要なく、常法に従って行えば良い。

エッチングする溝深さは、5  $\mu$ m以上とすることが好ましい。それより溝深さが浅いと十分な鉄損改善効果が得られない。なお、エッチングする溝深さの上限は、特に限定されないが、生産性等を考慮すると板厚の1/2程度である。

[0047] エッチング後の鋼帯は、レジスト被膜剥離設備に搬送される。レジスト剥離設備にて下流工程に悪影響を及ぼすエッチング後の不要レジスト被膜を除去し、鋼板の洗浄を行う。剥離の方法は特に指定するものではないが、例えば有機溶剤や水酸化ナトリウム、オルソ珪酸ソーダ等のアルカリ系の溶液に鋼帯を浸漬する方法がある。なお、ブラシやスクレーパなどの物理的な剥離手段を併用してもよい。

[0048] ところで、方向性電磁鋼板は、含けい素鋼スラブを、加熱後、熱間圧延して熱延板とし、必要に応じて熱延板焼鈍を施したのち、1回または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延を施して冷延鋼帯とし、ついで該冷延鋼帯に脱炭焼鈍を施したのち、焼鈍分離剤を塗布してから、最終仕上げ焼鈍を施す一連

の工程によって製造されるが、上述した冷延鋼帯に対する線状溝形成方法を、方向性電磁鋼板用の冷延鋼帯に適用することは有利である。

すなわち、上記した方向性電磁鋼板の製造に際し、冷間圧延後の冷延鋼帯に対して上述した冷延鋼帯の線状溝形成方法を適用して、鋼帯表面に線状溝を形成すると、磁区の細分化が効果的に達成されて、磁気特性に優れた方向性電磁鋼板を得ることができる。

なお、線状溝形成後の冷延鋼帯は、その後、常法に従って脱炭焼鈍（一次再結晶焼鈍）を施した後、最終仕上げ焼鈍（二次再結晶焼鈍）を施すことによって、本発明に従う方向性電磁鋼板とすることができる。

[0049] なお、本発明において、上述した以外の鋼帯の成分組成や、方向性電磁鋼板の製造工程は、常法に従えば良い。

## 実施例

[0050] 質量％で、Siを3.3%含有した、板厚：0.23mmの冷間圧延後の鋼帯に対して、表1に記載した条件でネガ型レジストインキの塗布を行い、ついで、乾燥、光の照射、固化部分以外（非固化部）のレジスト被膜の除去、電解エッチングを行った。その後、残存する固化部分のレジスト被膜を除去したのち、脱炭焼鈍を施し、最終仕上げ焼鈍を行った後、得られた方向性電磁鋼板の磁気特性について評価した。

なお、今回、作製した線状溝の溝形状は、鋼帯幅方向に対する角度を $10^{\circ}$ 、鋼帯長手方向の溝ピッチを3mm、溝深さを $30\mu\text{m}$ とした。

レジスト被膜の形成には、アクリル基含有樹脂等を成分とするレジストインキを用いた。乾燥炉は、熱風乾燥炉を用いて炉温 $250^{\circ}\text{C}$ にて乾燥した。光源は、超高圧水銀灯を用いた。固化部分以外のレジスト被膜の除去はアルカリ溶液中への浸漬により行った。

[0051] 比較例として、従来法のオフセットグラビアロール印刷によってレジストインキをパターン印刷し、エッチングを行った鋼板も作製し、磁気特性について評価した。

オフセットグラビアロール塗布装置において、各ロールの材質はグラビア

ロールが硬質クロムめっきを施した溝付ロール、オフセットロールがゴムをライニングしたゴムロールを使用した。グラビアロールの溝形状は、非塗布部の回転方向幅が $100\mu\text{m}$ 、塗布部の回転方向幅が $3\text{mm}$ のものを用了。ゴムライニング厚は $20\text{mm}$ 、ゴムはウレタンゴムで硬度は $\text{Hs}80^\circ$ である。各ロールのロール径はグラビアロール、オフセットロール共に $250\text{mm}$ である。使用した塗布液はアルキド系樹脂を主成分とするレジストインクである。このレジストインクをエチレングリコールモノブチルエーテルで希釈し、 $20^\circ\text{C}$ 時での粘度が $1500\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 程度となるよう調整して使用した。

電解エッチングは、 $\text{NaCl}$ 電解浴中にて、電流密度： $30\text{A}/\text{dm}^2$ で、 $30\mu\text{m}$ の溝深さとなるまで数十秒間の処理を行った。

[0052] 本実施例で、 $W_{17/50}$ は $1.7\text{T}$ 、 $50\text{Hz}$ での鉄損を評価した。また、外観は、線状溝に途切れや変形が見受けられるものは $\times$ 、軽微な溝深さ変動、変形がみられるものは鉄損評価の優劣を加味して $\Delta\sim\bigcirc$ 、美しい直線状の溝が均一な深さに形成されているものは $\odot$ とした。

発明例および比較例の鉄損および外観の評価結果を表1に併記する。

[0053] [表1]

表1

| 方式          | レジスト被膜の膜厚<br>[ $\mu\text{m}$ ] | 非固化部の幅<br>[ $\mu\text{m}$ ] | ギャップ※1<br>[ $\mu\text{m}$ ] | 溝形状        | $W_{17/50}$<br>[ $\text{W}/\text{kg}$ ] | 備考  |
|-------------|--------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|------------|-----------------------------------------|-----|
| ネガ型レジスト     | 2                              | 50                          | 50                          | $\odot$    | 0.79                                    | 発明例 |
| ネガ型レジスト     | 3                              | 50                          | 50                          | $\odot$    | 0.78                                    | 発明例 |
| ネガ型レジスト     | 5                              | 50                          | 50                          | $\odot$    | 0.79                                    | 発明例 |
| ネガ型レジスト     | 10                             | 50                          | 50                          | $\odot$    | 0.79                                    | 発明例 |
| ネガ型レジスト     | 15                             | 50                          | 50                          | $\bigcirc$ | 0.80                                    | 発明例 |
| ネガ型レジスト     | 20                             | 50                          | 50                          | $\Delta$   | 0.81                                    | 発明例 |
| ネガ型レジスト     | 3                              | 20                          | 50                          | $\odot$    | 0.78                                    | 発明例 |
| ネガ型レジスト     | 3                              | 15                          | 50                          | $\Delta$   | 0.81                                    | 発明例 |
| ネガ型レジスト     | 3                              | 200                         | 100                         | $\odot$    | 0.79                                    | 発明例 |
| ネガ型レジスト     | 3                              | 500                         | 150                         | $\bigcirc$ | 0.80                                    | 発明例 |
| ネガ型レジスト     | 3                              | 600                         | 150                         | $\bigcirc$ | 0.81                                    | 発明例 |
| ネガ型レジスト     | 3                              | 100                         | 200                         | $\Delta$   | 0.81                                    | 発明例 |
| ネガ型レジスト     | 3                              | 200                         | 200                         | $\Delta$   | 0.81                                    | 発明例 |
| グラビアオフセット印刷 | 3                              | —                           | —                           | $\times$   | 0.83                                    | 比較例 |

※1:レジスト被膜—マスク部材間ギャップ

[0054] 表 1 に示したように、発明例では、ネガ型レジストインクと光照射装置の使用によって、均一なレジスト被膜パターンを形成し、エッチングにより均一な線状溝を形成することが可能となることが分かる。また、磁気特性についても優良な結果を示している。

[0055] 比較例である、従来のオフセットグラビアロール印刷を使用した場合には、塗布ムラやインクの濡れ広がりが発生して、外観欠陥、溝潰れとなり、精度の高い均一な線状溝を保てずに、エッチング後の磁気特性においても劣位な結果となった。

[0056] なお、本実施例では、基材として厚さ0.23mmの冷間圧延後の鋼帯を用いて方向性電磁鋼板を製造した場合について説明したが、本発明は、これだけに限定されるものではなく、他の厚みの鋼帯、電磁鋼板に対しても同様に適用することができる。

### 符号の説明

- [0057]
- 1 鋼帯
  - 2 回転ロール
  - 3 光照射装置（光源）
  - 4 マスク部材
  - 5 自転型マスク部材

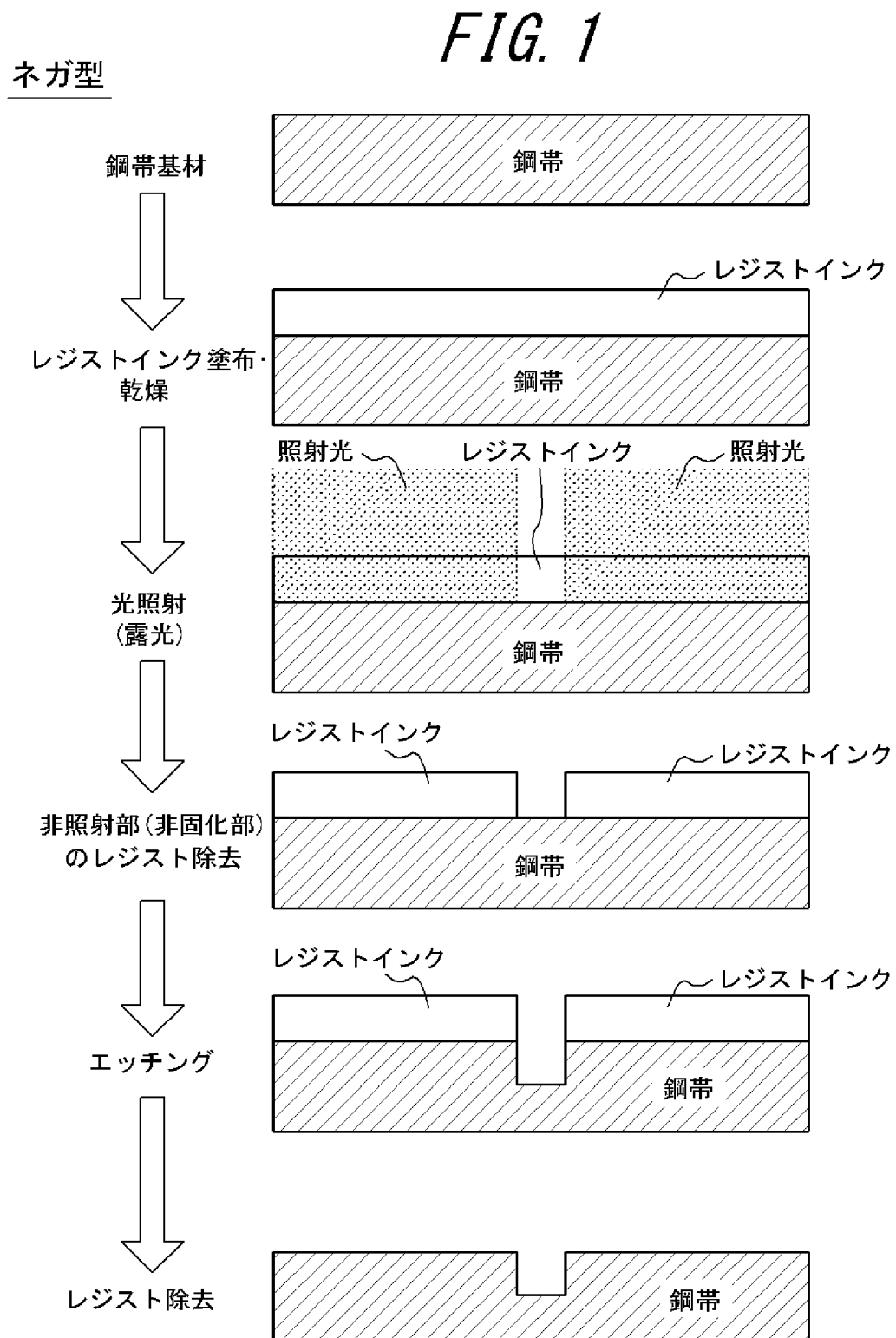
## 請求の範囲

- [請求項1] 連続して走行する鋼帯に対し、感光して固化するネガ型のレジストインクを塗布し、乾燥してレジスト被膜を形成したのち、該レジスト被膜面を覆って光を遮断するマスク部材を鋼帯の走行速度と同期させて移動させながら光照射を行って、上記マスク部材で覆われないレジスト被膜を固化させたのち、現像液にて該固化部分以外のレジスト被膜を除去し、さらにエッチングにより該レジスト被膜を除去した部分の鋼帯を溶解、除去して線状溝を形成する鋼帯の線状溝形成方法。
- [請求項2] 前記鋼帯に近接し、かつ該鋼帯の進行方向に並列に配置した一対の回転ロールに、無端ベルト状の前記マスク部材を掛け回して回動移動させるものとし、その際、該マスク部材の回動移動速度を、該鋼帯の走行速度と同期させる請求項1に記載の鋼帯の線状溝形成方法。
- [請求項3] 前記マスク部材を円筒形にし、該円筒形としたマスク部材を、その軸心が前記鋼帯の幅方向に平行として、該鋼帯に近接して配置し、この配置位置にて該円筒形のマスク部材を、該軸心を回転軸として回転させるものとし、その際、該円筒形のマスク部材の周速を、該鋼帯の走行速度と同期させる請求項1に記載の鋼帯の線状溝形成方法。
- [請求項4] 前記レジスト被膜の膜厚を $15\mu\text{m}$ 以下とする請求項1～3のいずれか1項に記載の鋼帯の線状溝形成方法。
- [請求項5] 前記マスク部材と、前記レジスト被膜とのギャップを $150\mu\text{m}$ 以下とする請求項1～4のいずれか1項に記載の鋼帯の線状溝形成方法。
- [請求項6] 前記固化部分以外の非固化部分の幅を、 $20\mu\text{m}$ 以上 $500\mu\text{m}$ 以下とする請求項1～5のいずれか1項に記載の鋼帯の線状溝形成方法。
- [請求項7] 前記線状溝を、鋼帯の幅方向に対する角度が $30^\circ$ 以下で、かつ鋼帯長手方向に $20\text{mm}$ 以下のピッチで形成する請求項1～6のいずれか1項に記載の鋼帯の線状溝形成方法。
- [請求項8] 前記線状溝の溝深さを $5\mu\text{m}$ 以上とする請求項1～7のいずれか1項に記載の鋼帯の線状溝形成方法。

[請求項9]           含けい素鋼スラブを、加熱後、熱間圧延して熱延板とし、必要に応じて熱延板焼鈍を施したのち、1回または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延を施して鋼帯とし、ついで該鋼帯に脱炭焼鈍を施したのち、焼鈍分離剤を塗布してから、最終仕上げ焼鈍を施す一連の工程によって方向性電磁鋼板を製造するに当たり、

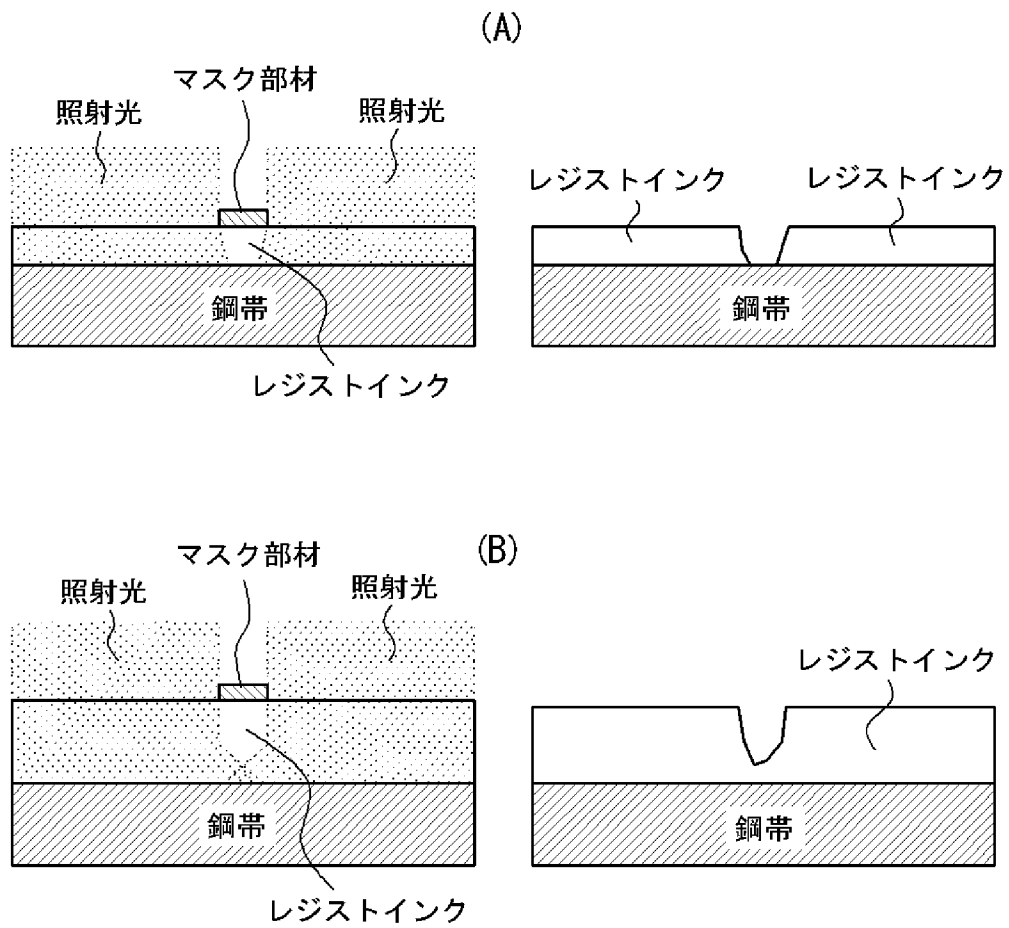
上記冷間圧延後の鋼帯に対して、請求項1～8のいずれか1項に記載の線状溝形成方法を適用して、該鋼帯の表面に線状溝を形成する方向性電磁鋼板の製造方法。

[図1]

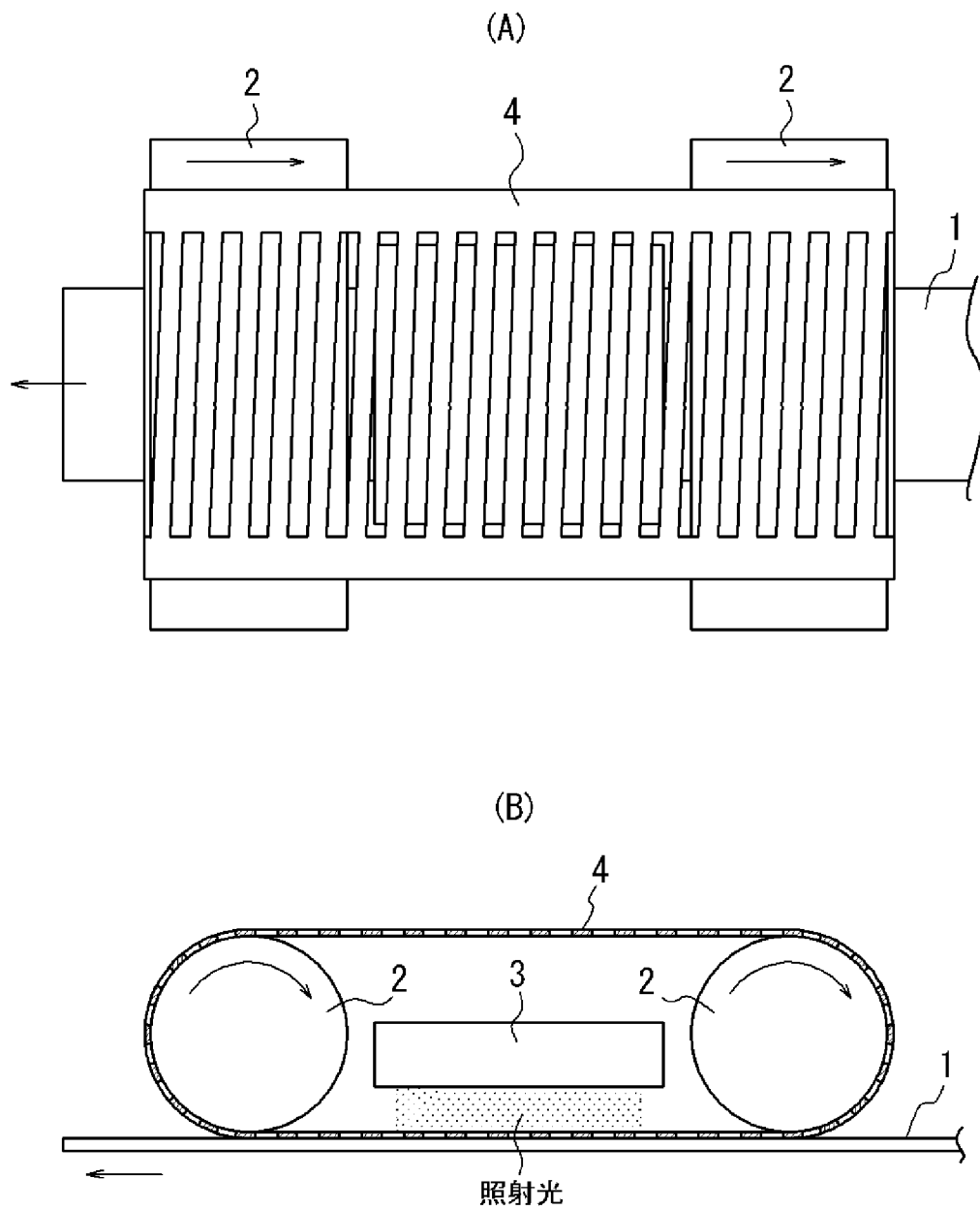


[図2]

FIG. 2

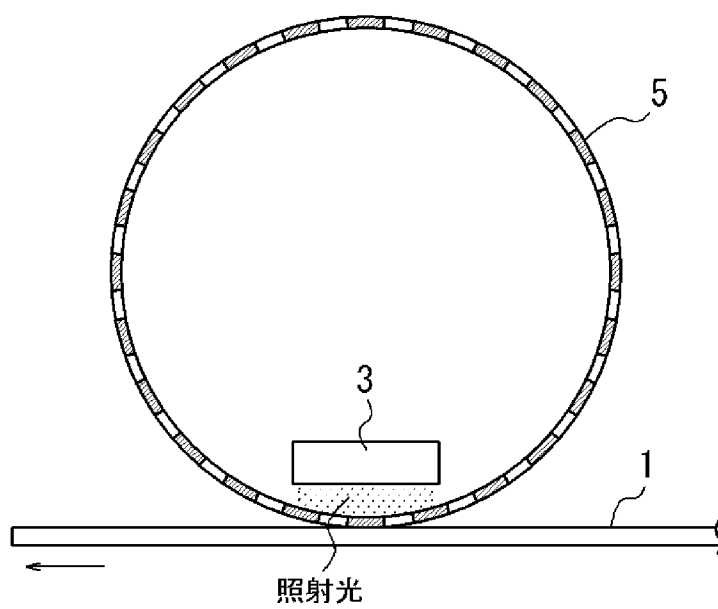


[図3]

*FIG. 3*

[図4]

FIG. 4



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/006332

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C25F3/06(2006.01)i, C21D8/12(2006.01)i, C23F1/00(2006.01)i, H01F1/16(2006.01)i

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)

C25F3/06, C21D8/12, C23F1/00, H01F1/16

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

|                           |           |                            |           |
|---------------------------|-----------|----------------------------|-----------|
| Jitsuyo Shinan Koho       | 1922-1996 | Jitsuyo Shinan Toroku Koho | 1996-2016 |
| Kokai Jitsuyo Shinan Koho | 1971-2016 | Toroku Jitsuyo Shinan Koho | 1994-2016 |

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. |
|-----------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| Y         | JP 62-179105 A (Nippon Steel Corp.),<br>06 August 1987 (06.08.1987),<br>entire text<br>(Family: none)                                                                 | 1-9                   |
| Y         | JP 11-288080 A (Mitsubishi Aluminum Co., Ltd.),<br>19 October 1999 (19.10.1999),<br>paragraphs [0014] to [0035], [0038] to [0040];<br>fig. 7, 8, 10<br>(Family: none) | 1-9                   |
| Y         | JP 2011-59196 A (Fujifilm Corp.),<br>24 March 2011 (24.03.2011),<br>paragraphs [0088] to [0090]; fig. 5(a), 5(b)<br>(Family: none)                                    | 1-9                   |

☒ 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

"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  
22 January 2016 (22.01.16)

Date of mailing of the international search report  
02 February 2016 (02.02.16)

Name and mailing address of the ISA/  
Japan Patent Office  
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,  
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2015/006332

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages                                                                                                     | Relevant to claim No. |
|-----------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| Y         | JP 4-42159 A (Kato Hatsujo Kaisha, Ltd.),<br>12 February 1992 (12.02.1992),<br>page 2, lower left column, line 12 to page 4,<br>lower left column, line 2; fig. 1, 2<br>(Family: none) | 5                     |

## A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. C25F3/06(2006.01)i, C21D8/12(2006.01)i, C23F1/00(2006.01)i, H01F1/16(2006.01)i

## 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））

Int.Cl. C25F3/06, C21D8/12, C23F1/00, H01F1/16

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 | 1971-2016年 |
| 日本国実用新案登録公報 | 1996-2016年 |
| 日本国登録実用新案公報 | 1994-2016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<br>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<br>請求項の番号 |
|-----------------|--------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Y               | JP 62-179105 A（新日本製鐵株式会社）1987.08.06, 全文（ファミリーなし）                                           | 1-9            |
| Y               | JP 11-288080 A（三菱アルミニウム株式会社）1999.10.19, 【0014】-【0035】, 【0038】-【0040】, 図7, 図8, 図10（ファミリーなし） | 1-9            |
| Y               | JP 2011-59196 A（富士フイルム株式会社）2011.03.24, 【0088】-【0090】, 図5（a）, 図5（b）（ファミリーなし）                | 1-9            |

☑ 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  
「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矛盾するものではなく、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

22.01.2016

国際調査報告の発送日

02.02.2016

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（ISA/J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

伊藤 寿美

4E

4143

電話番号 03-3581-1101 内線 3425

| C (続き) . 関連すると認められる文献 |                                                                                  |                |
|-----------------------|----------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| 引用文献の<br>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<br>請求項の番号 |
| Y                     | JP 4-42159 A (加藤発条株式会社) 1992.02.12, 第2頁左下欄第1<br>2行ー第4頁左下欄第2行, 第1図, 第2図 (ファミリーなし) | 5              |