

(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
2022年12月1日(01.12.2022)

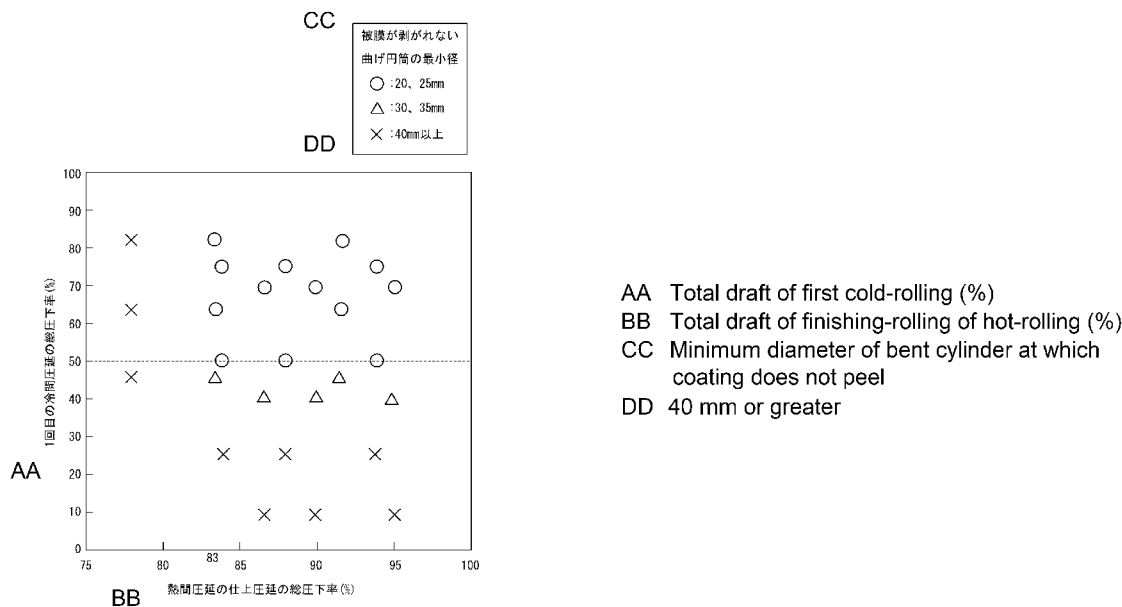


(10) 国際公開番号
WO 2022/250159 A1

- (51) 国際特許分類:
C21D 8/12 (2006.01) *C22C 38/60* (2006.01)
C22C 38/00 (2006.01) *H01F 1/147* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2022/021832
- (22) 国際出願日: 2022年5月27日(27.05.2022)
- (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 2021-090679 2021年5月28日(28.05.2021) 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). 新垣 之啓 (SHINGAKI Yukihiro); 〒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). 竹中 雅紀 (TAKENAKA Masanori); 〒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). 戸田 広朗 (TODA Hiroaki); 〒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).

(54) Title: METHOD FOR MANUFACTURING GRAIN-ORIENTED ELECTROMAGNETIC STEEL SHEET

(54) 発明の名称: 方向性電磁鋼板の製造方法



(57) Abstract: Provided is a method for manufacturing a grain-oriented electromagnetic steel sheet which has a defect-free, uniform, and highly adhesive coating over the entire width and entire length of a coil and which also exhibits excellent magnetic characteristics. In the case of this method for manufacturing a grain-oriented electromagnetic steel sheet: a steel slab, which has a component composition comprising C, Si, Mn, Ti, Al, N, one kind or two kinds selected from S and Se, and the balance Fe and inevitable impurities, is heated to 1,300 ° C or higher and hot-rolling to obtain a hot-rolled sheet; one or more passes of cold-rolling with process annealing



WO 2022/250159 A1

- (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, 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, 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, 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, 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, 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))

therebetween are optionally applied to the hot-rolled sheet with or without annealing the hot-rolled sheet to obtain a cold-rolled sheet; decarburization annealing is applied to the cold-rolled sheet to obtain a decarburized annealed sheet; and, after the surface of the decarburized annealed sheet is coated with an annealing separator, finishing annealing is applied to obtain the grain-oriented electromagnetic steel sheet; wherein the total draft of the finishing-rolling during the hot-rolling is set to 83% or higher, the total draft of the first cold-rolling is set to 50% or higher, and a weight equivalent of 0.1 mg/m² to 7.0 mg/m² per one surface of an Si-containing compound is caused to adhere to the surfaces of the cold-rolled sheet.

(57) 要約: コイルの全幅及び全長にわたって、欠陥のない均一で密着性の優れた被膜を有し、かつ磁気特性も優れた方向性電磁鋼板を得るための製造方法を提供する。C、Si、Mn、Ti、Al、Nを含有し、さらにS及びSeのうちいずれか1種または2種を含有し、残部がFe及び不可避免の不純物からなる成分組成を有する鋼スラブを、1300℃以上にスラブ加熱し、熱間圧延を施して熱延板とし、熱延板に熱延板焼鈍を施しもしくは施すことなく、任意で中間焼鈍を挟む1回以上の冷間圧延を施して冷延板とし、冷延板に、脱炭焼鈍を施して脱炭焼鈍板とし、脱炭焼鈍板の表面に焼鈍分離剤を塗布した後、仕上焼鈍を施して方向性電磁鋼板を得る、方向性電磁鋼板の製造方法において、熱間圧延における仕上圧延の総圧下率を83%以上とし、かつ1回目の冷間圧延の総圧下率を50%以上とし、脱炭焼鈍前の冷延板の表面にSiを含有する化合物をSi重量換算で片面当たり0.1 mg/m²以上7.0 mg/m²以下付着させる、方向性電磁鋼板の製造方法。

明 細 書

発明の名称： 方向性電磁鋼板の製造方法

技術分野

[0001] 本開示は、方向性電磁鋼板の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 電磁鋼板は変圧器やモータ等の鉄心として広く用いられている材料である。電磁鋼板は方向性電磁鋼板と無方向性電磁鋼板に大別され、方向性電磁鋼板については鉄の磁化容易軸である $\langle 001 \rangle$ 方位が、鋼板の圧延方向に高度に揃った集合組織を有していることが特徴的である。かかる集合組織は、仕上焼鈍において二次再結晶を起こさせることで形成される。ここで、上記二次再結晶とは、粒界エネルギーを利用して、いわゆる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粒成長させる現象をいう。上記の二次再結晶を生じさせる代表的な技術として、インヒビタと呼ばれる析出物を利用する技術がある。例えば、特許文献1に記載のAlN、MnSを使用する方法、特許文献2に記載のMnS、MnSeを使用する方法等が知られており、工業的に実用化されている。これらのインヒビタを用いる方法は安定して二次再結晶粒を発達させるのに有用である。これらの方法においては、インヒビタを鋼中に微細分散させるために、 1300°C 以上の高温でのスラブ加熱を行い、インヒビタ成分を一度固溶させることが必要である。

[0003] 一方、インヒビタ成分を含有しない素材において、Goss方位結晶粒を二次再結晶により発達させる技術が特許文献3等で開示されている。これは、インヒビタ成分のような不純物を極力排除する事で、一次再結晶時の結晶粒界が持つ粒界エネルギーの粒界方位差角依存性を顕在化させ、インヒビタを用いずともGoss方位を有する粒を二次再結晶させる技術であり、その効果をテクスチャーインヒビション効果と呼んでいる。この方法では、インヒビタの鋼中微細分散が必要ではないため、必須であった高温スラブ加熱も

必要としないことなど、製造面でインヒビタを利用する方法に対するメリットを有する。

先行技術文献

特許文献

- [0004] 特許文献1：特公昭40-15644号公報
特許文献2：特公昭51-13469号公報
特許文献3：特開2000-129356号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0005] 本発明者らは、インヒビタを利用する成分系を用いて方向性電磁鋼板を製造するにあたり、製品板の被膜外観において、数mmピッチの縞模様が発生することがあり、縞模様が発生した場所では被膜密着性が劣化することを独自に知見した。
- [0006] 本発明は、上記課題を鑑みてなされたもので、コイルの全幅及び全長にわたって、欠陥のない均一で密着性の優れた被膜を有し、かつ磁気特性も優れた方向性電磁鋼板を得るための製造方法について提案するものである。

課題を解決するための手段

- [0007] 本発明者らは、鋭意検討によって、熱間圧延の仕上圧延の総圧下率及び1回目の冷間圧延の総圧下率を高くし、かつ、脱炭焼鈍前に冷延板表面にSi化合物を付着させることで、被膜密着性が良好となることを知見した。
- [0008] 本発明は、上記知見に基づいてなされたものである。すなわち、本発明の要旨構成は以下のとおりである。

- [0009] [1] 質量%で、
C：0.01%以上0.10%以下、
Si：2.0%以上4.0%以下、
Mn：0.01%以上0.30%以下、
Ti：0.010%以下、

Al : 0.010%以下及び

N : 0.0050%以下を含有し、さらに

S及びSeのうちいずれか1種または2種を合計で0.005%以上0.10%以下含有し、残部がFe及び不可避免の不純物からなる成分組成を有する鋼スラブを、1300℃以上にスラブ加熱し、熱間圧延を施して熱延板とし、

次いで、前記熱延板に熱延板焼鈍を施しもしくは施すことなく、任意で中間焼鈍を挟む1回以上の冷間圧延を施して冷延板とし、

次いで、前記冷延板に、脱炭焼鈍を施して脱炭焼鈍板とし、

次いで、前記脱炭焼鈍板の表面に焼鈍分離剤を塗布した後、仕上焼鈍を施して方向性電磁鋼板を得る、方向性電磁鋼板の製造方法において、

前記熱間圧延における仕上圧延の総圧下率を83%以上とし、かつ1回目の前記冷間圧延の総圧下率を50%以上とし、

前記脱炭焼鈍前の前記冷延板の表面にSiを含有する化合物をSi重量換算で片面当たり0.1mg/m²以上7.0mg/m²以下付着させる、方向性電磁鋼板の製造方法。

[0010] [2] 前記脱炭焼鈍を前段焼鈍と後段焼鈍とに分け、

前記前段焼鈍は雰囲気酸化性 $P(H_2O)/P(H_2)$ が0.3以上0.7以下、

前記後段焼鈍は雰囲気酸化性 $P(H_2O)/P(H_2)$ が0.005以上0.2以下の焼鈍雰囲気にて行う、前記[1]に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[0011] [3] 前記熱間圧延では、前記スラブ加熱後、前記鋼スラブに1100℃以上1300℃以下で1パス以上の粗圧延を施し、続いて800℃以上1100℃以下で2パス以上の仕上圧延を施し、巻取り温度を400℃以上750℃以下とし、

前記熱延板焼鈍では、熱延板を、800℃以上1250℃以下で5秒以上保持した後、800℃から350℃までの平均冷却速度を5℃/s以上10

0℃/s以下として冷却し、

前記冷間圧延の総圧下率を50%以上92%以下とし、かつ各回の前記冷間圧延の総圧下率を50%以上92%以下とし、

前記中間焼鈍では、800℃以上1250℃以下の温度域で5秒以上保持した後、800℃から350℃までの平均冷却速度を5℃/s以上100℃/s以下として冷却し、

前記脱炭焼鈍では、H₂とN₂とを含む雰囲気にて、前記冷延板を750℃以上950℃以下にて10秒以上保持し、

前記仕上焼鈍前に、MgOを含む前記焼鈍分離剤を前記脱炭焼鈍板の表面に片面当たり2.5g/m²以上塗布し、

前記仕上焼鈍では、800℃以上の温度範囲内の少なくとも一部における雰囲気がH₂を含む条件にて、前記脱炭焼鈍板を1050℃以上1300℃以下で3時間以上保持する、前記[1]又は[2]に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[0012] [4] 前記成分組成は、さらに質量%又は質量ppmで、

Ni : 0%以上1.50%以下、

Cr : 0%以上0.50%以下、

Cu : 0%以上0.50%以下、

P : 0%以上0.50%以下、

Sb : 0%以上0.50%以下、

Sn : 0%以上0.50%以下、

Bi : 0%以上0.50%以下、

Mo : 0%以上0.50%以下、

B : 0ppm以上25ppm以下、

Nb : 0%以上0.020%以下、

V : 0%以上0.010%以下及び

Zr : 0%以上0.10%以下からなる群から選ばれる1種または2種以上を含有する、前記[1]から[3]のいずれかに記載の方向性電磁鋼板の

製造方法。

[0013] [5] 前記成分組成は、さらに質量%で、
C o : 0%以上0.050%以下及び
P b : 0%以上0.0100%以下からなる群から選ばれる1種または2種を含有する、前記[1]から[4]のいずれかに記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[0014] [6] 前記成分組成は、さらに質量%で、
A s : 0%以上0.0200%以下、
Z n : 0%以上0.020%以下、
W : 0%以上0.0100%以下
G e : 0%以上0.0050%以下及び
G a : 0%以上0.0050%以下からなる群から選ばれる1種または2種以上を含有する、前記[1]から[5]のいずれかに記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

発明の効果

[0015] 本発明によれば、コイルの全幅及び全長にわたって、欠陥のない均一で密着性の優れた被膜を有し、かつ磁気特性も優れた方向性電磁鋼板を得ることができる。

図面の簡単な説明

[0016] [図1]熱間圧延仕上圧延の総圧下率及び1回目の冷間圧延の総圧下率と、被膜密着性との関係を示す図である。

[図2]脱炭焼鈍前のS i化合物の付着量と被膜密着性との関係を示す図である。

[図3]図2の点線で囲った部分を拡大して示した図である。

発明を実施するための形態

[0017] 本発明は、前記課題を解決するために、熱間圧延や冷間圧延の総圧下率を規定し、かつ脱炭焼鈍前の鋼板表面にS iを含有する化合物を付着させることで、鋼板の被膜ハクリ特性を良好にすることに成功した。

以下、本発明を成功に至らしめた実験について説明する。

[0018] <実験1>

質量%で、C : 0.051%、Si : 3.08%、Mn : 0.09%、Se : 0.020%、Ti : 0.002%、Al : 0.002%、N : 0.0007%を含み、残部がFe及び不可避免の不純物からなる成分組成を有する鋼スラブを、1400℃の温度にスラブ加熱し、粗圧延及び仕上圧延からなる熱間圧延を施して熱延板を得た。粗圧延後の板厚は15~40mm厚の間で種々変更し、さらに仕上圧延により2.0~3.3mmに仕上げた。仕上圧延の総圧下率は、78.0%から95.0%の範囲であった。次いで、熱延板表面のスケールを酸洗で除去した後、1回目の冷間圧延にて0.60から1.8mmの種々の板厚を作製した。1回目の冷間圧延の総圧下率は10.0%から81.8%であった。次いで、1020℃で100秒間の中間焼鈍を施し、その後2回目の冷間圧延を行い、板厚0.23mmの冷延板に仕上げた。引き続いて、電解脱脂を兼ねて、5%オルト珪酸ナトリウム水溶液中で該冷延板に電解処理を行って、鋼板表面にSi化合物を片面当たり2.0mg/m²付着させた。次いで、850℃×120秒、50%H₂+50%N₂、露点60℃にて脱炭焼鈍を施して脱炭焼鈍板とした。次いで、脱炭焼鈍板の表面に固形分換算で85質量%以上のMgOを含む焼鈍分離剤を塗布した後、1200℃で5時間、H₂雰囲気下で保持する仕上焼鈍を施して、方向性電磁鋼板を得た。得られた方向性電磁鋼板からサンプルを切り出して、被膜密着性を評価した。被膜密着性は、サンプルを種々の直径を有した円筒に巻き付けて、被膜が剥がれない最小径で評価した。この最小径が小さいほど被膜密着性が優れることを表す。巻き付ける方向はサンプルの圧延方向とした。すなわち、サンプルの圧延方向が円弧を描くように巻き付けた。熱間圧延仕上圧延の総圧下率及び1回目の冷間圧延の総圧下率と、被膜密着性との関係を図1に示す。図1から明らかなように、熱間圧延の仕上圧延の総圧下率が83%以上で、かつ1回目の冷間圧延の総圧下率が50%以上であれば、優れた被膜密着性を得ることができることがわかった。

[0019] <実験2>

質量%で、C : 0.070%、Si : 3.41%、Mn : 0.15%、Se : 0.015%、Ti : 0.001%、Al : 0.001%、N : 0.0008%、Sb : 0.042%を含み、残部がFe及び不可避免の不純物からなる成分組成を有する鋼スラブを、1400℃の温度にスラブ加熱し、粗圧延及び仕上圧延からなる熱間圧延を施して熱延板を得た。粗圧延後の板厚を35mm厚とし、さらに仕上圧延により2.5mmに仕上げた。仕上圧延の総圧下率は92.9%であった。次いで、熱延板表面のスケールを酸洗で除去した後、1回目の冷間圧延にて0.72mmの板厚とした。1回目の冷間圧延の総圧下率は71.2%であった。次いで、925℃で100秒の中間焼鈍を施し、その後2回目の冷間圧延を行い、板厚0.23mmの冷延板に仕上げた。引き続き、電解脱脂を兼ねて、3%オルト珪酸ナトリウム水溶液中で電解処理を行って、冷延板表面にSi化合物を付着させた。この際、Si化合物の付着量は、0mg/m²の付着無しを含む、種々の条件とした。その後、Si化合物を付着させた後の冷延板に、850℃×120秒、50%H₂+50%N₂、露点64℃にて脱炭焼鈍を施し、脱炭焼鈍板とした。次いで、脱炭焼鈍板表面に、固形分換算で85質量%以上のMgOを含む焼鈍分離剤を塗布した後、1200℃で10時間、H₂雰囲気下で保持する仕上焼鈍を施して、方向性電磁鋼板を得た。得られた方向性電磁鋼板からサンプルを切り出して、被膜密着性を評価した。被膜密着性は、サンプルを種々の直径を有した円筒に巻き付けて、被膜が剥がれない最小径で評価した。また、脱炭焼鈍前の冷延板のSi付着量を、蛍光X線分析装置を用いて測定した。蛍光X線分析装置を用い、予め検量線を作製し、該検量線に基づいてSi付着量を算出した。検量線の作製においては、Si付着処理を行わなかった方向性電磁鋼板における蛍光X線分析結果をSi付着量ゼロとした。脱炭焼鈍前のSi化合物の付着量と被膜密着性との関係を図2に示す。また、図2の点線で囲った部分を拡大して図3に示す。図2、3から明らかなように、脱炭焼鈍前の冷延板の表面にSiを含有する化合物をSi重量換算で片面当た

り0.1 mg/m²以上7.0 mg/m²以下付着させることで、優れた被膜密着性を得ることができることがわかった。

[0020] 上記実験1及び2の結果をまとめると、熱間圧延の仕上圧延の総圧下率及び1回目の冷間圧延の総圧下率を高くし、かつ、脱炭焼鈍前に冷延板表面にSi化合物を付着させることで、被膜密着性が良好となることが明らかとなった。これらの理由については明らかではないが、本発明者らは次のように考えている。

[0021] 本実験で被膜密着性が良好であったサンプル（良好サンプル）と不良であったサンプル（不良サンプル）とで製品板外観を比較すると、明らかな差異が認められた。すなわち、良好サンプルは外観が均一で色ムラがほとんど認められないのに対し、不良サンプルは板幅方向数mmピッチで圧延方向に伸びた縞模様が認められた。縞模様が発生した原因を調査するために、中間焼鈍後の冷延板を観察した。その結果、不良サンプルの中間焼鈍後の冷延板においては、ほぼ同ピッチでリジングが発生していたことを突き止めた。リジングは鋼板表面の凹凸であり、鋼板の結晶方位と関連性が高いことが知られている。このリジングは、良好サンプルの条件でも発生が認められていたが、不良サンプル条件と比較して良好サンプルの条件の鋼板では明らかに凹凸が小さかった。凹凸が被膜密着性に及ぼす影響を推測すると、中間焼鈍の次工程は2回目の冷間圧延であることから、この凹凸が冷間圧延後の表面の粗度に影響を及ぼすことが考えられる。すなわち、2回目の冷間圧延において、凸部が選択的に圧延ロールに接触するため、表面がフラットになり粗度が比較的小さくなると考えられる一方、凹部は凸部からの素材の倒れこみなどで比較的粗度が高くなる可能性が考えられる。つまり、2回目の冷間圧延でリジングの様な凹凸が解消されてフラットな形状が確保されていても、粗度の低い個所と高い個所とが交互に配列されて縞模様を形成している可能性がある。この粗度の差は、脱炭焼鈍での鋼板表面のサブスケール形成に影響を及ぼすと推測される。すなわち、サブスケールの構造が縞模様状に変化しており、これが仕上焼鈍時の被膜形成に影響を及ぼすことで、製品板に縞模様

が発生したと考えられる。サブスケール構造は、被膜外観のみならず、アンカーと呼ばれる、被膜が地鉄に食い込む形状の形成にも影響を及ぼす。このアンカー形状が発達していれば被膜密着性は良好となる一方、アンカー形成が乏しければ被膜密着性が劣化することが知られている。本実験では、脱炭焼鈍後は、縞模様状にサブスケール構造が異なっていると考えられているが、製品板でのアンカー形状も同様に縞模様状に違いがあると推測され、これが原因で被膜密着性が劣化したと推測される。

[0022] 上述の通り、熱間圧延の仕上圧延の総圧下率及び1回目の冷間圧延の総圧下率を高くすることで被膜密着性の劣化を防止できることが、本発明者らの独自の検討により明らかとなった。これは、圧下率を高めて鋼板に導入される歪量を増加させることで、動的及び静的な再結晶を促進させて、様々な結晶方位を有する粒を発生させ、鋼板の凹凸、いわゆるリジングの発生を大幅に抑制できたためと考えられる。

[0023] ただし、被膜密着性が良好であったサンプルにおいても中間焼鈍後に若干の凹凸が認められた。そのため、上記圧下率の規定だけでは不十分であり、脱炭焼鈍前にSi化合物を付着させることも必要である。脱炭焼鈍前にSi化合物を付着させることで、サブスケール構造の違いが被膜形成に及ぼす影響を緩和させることができ、被膜密着性の劣化を効果的に防止したと考えられる。つまり、熱間圧延の仕上圧延の総圧下率及び1回目の冷間圧延の総圧下率を高めて中間焼鈍後の鋼板表面の凹凸をある程度抑制し、さらにサブスケールの主成分であるシリカと同類のSi化合物を付与させることで、その凹凸に起因する粗度変化が与えるサブスケール構造変化を効果的に抑制し、被膜密着性の劣化を防止できたと考えられる。なお、この発明において使用するSi化合物には、実質的にSi、O、HあるいはSi、Oからなり、すなわち、SiO₂で表されるシリカ又はこれにH₂Oが結合した化合物等が該当する。

[0024] 以下、本発明の実施形態について説明する。なお、本発明は以下の実施形態に限定されない。まず、鋼板の成分組成の適正範囲及びその限定理由につ

いて説明する。なお、以下の説明において、鋼板の成分元素の含有量を表す「%」は、特に明記しない限り「質量%」を意味する。「ppm」は、特に明記しない限り、「質量ppm」を意味する。また本明細書中において、「～」を用いて表される数値範囲は、「～」の前後に記載される数値を下限值及び上限値として含む範囲を意味する。

[0025] C : 0.01%以上0.10%以下

C量が0.10%を超えると、脱炭焼鈍後に磁気時効が生じるおそれがある。一方、C量が0.01%に満たないと二次再結晶粒が粗大になり鉄損の増大や曲げ加工性の劣化を引き起こす。従って、Cは0.01%以上0.10%以下に限定する。C量は、好ましくは0.03%以上とする。また、C量は、好ましくは0.06%以下である。

[0026] Si : 2.0%以上4.0%以下

Siは鋼の比抵抗を高め、鉄損を改善させるために必要な元素であるが、2.0%未満であると効果がなく、4.0%を超えると二次再結晶が不安定になり磁気特性が劣化することから、Si量は2.0%以上4.0%以下に限定する。Si量は、好ましくは3.0%以上とする。Si量は、好ましくは3.6%以下である。

[0027] Mn : 0.01%以上0.30%以下

MnはMnSやMnSeをインヒビタとして利用するために必要な元素であるが、0.01%未満であるとインヒビタ量が少なくなり磁気特性が劣化し、0.30%を超えると二次再結晶が不安定になり磁気特性が劣化する。よって、Mn量は0.01%以上0.30%以下とする。Mn量は、好ましくは0.03%以上とする。Mn量は、好ましくは0.20%以下、より好ましくは0.15%以下である。

[0028] Ti : 0.010%以下

Al : 0.010%以下

N : 0.0050%以下

また、TiやAlは窒化物を形成し、MnS及びMnSeのインヒビタと

しての効果を損ね、磁気特性を劣化させることから、Ti：0.010%以下、Al：0.010%以下、N：0.0050%以下とする。好ましくは、Ti、Al、Nは、各々0.0020%以下である。ただし、これらの元素を低減することはコスト増大の可能性があるため、上記範囲内で残存しても問題ない。これらの元素は少ないほど好ましく、0%であってもよいが、コスト低減の観点から、好ましくはTi及びAlはそれぞれ0.001%以上、Nは0.0005%以上とする。

[0029] S及びSeのうちいずれか1種または2種を合計で0.005%以上0.10%以下

S及びSeは、Mnと結合してインヒビタとなるMnS及びMnSeを形成する。しかしながら、単独もしくは合計で0.005%に満たないと、その効果が十分に得られない。一方、0.10%を超えると、スラブ加熱で十分に固溶させることができなくなり、鋼中への微細分散が達成されず、磁気特性を大きく劣化させる。よって、S及びSeの含有量は、合計で0.005%以上0.10%以下の範囲とする。好ましくは0.010%以上であり、また0.040%以下である。

[0030] 以上、本発明の基本成分について説明してきたが、本発明ではその他にも以下に述べる元素を適宜含有させることができる。

[0031] 磁気特性を向上させる目的で、Ni：0%以上1.50%以下、Cr：0%以上0.50%以下、Cu：0%以上0.50%以下、P：0%以上0.50%以下、Sb：0%以上0.50%以下、Sn：0%以上0.50%以下、Bi：0%以上0.50%以下、Mo：0%以上0.50%以下、B：0ppm以上25ppm以下、Nb：0%以上0.020%以下、V：0%以上0.010%以下、Zr：0%以上0.10%以下からなる群から選ばれる少なくとも1種を単独または複合して添加することができる。これら元素の添加量を上記上限量以下とすることで、二次再結晶粒の発達を抑制されることを防ぎ、特に良好な磁気特性を得ることができる。なお、磁気特性をより向上する観点からは、Ni：0.01%以上、Sb：0.005%以

上、Sn：0.005%以上、Cu：0.01%以上、Cr：0.01%以上、P：0.005%以上、Mo：0.005%以上、Nb：0.001%以上、V：0.001%以上、B：0.0002%以上、Bi：0.005%以上及びZr：0.001%以上にて添加するのが好ましい。

[0032] 被膜密着性を向上する目的で、Co：0%以上0.050%以下及びPb：0%以上0.0100%以下からなる群から選ばれる1種または2種を添加することができる。Co及びPbの添加量が上記上限以下であれば、磁気特性がより好適である。被膜密着性をより向上する観点からは、Co：0.002%以上、Pb：0.0001%以上にて添加するのが好ましい。

[0033] 磁気特性を向上するため、また被膜密着性をより向上する目的で、As：0%以上0.0200%以下、Zn：0%以上0.020%以下、W：0%以上0.0100%以下、Ge：0%以上0.0050%以下及びGa：0%以上0.0050%以下からなる群から選ばれる1種または2種以上を添加することができる。各々、上記上限以下であれば、磁気特性がより好適である。被膜密着性をより向上する観点からは、As：0.0010%以上、Zn：0.001%以上、W：0.0010%以上、Ge：0.0001%以上及びGa：0.0001%以上にて添加するのが好ましい。

[0034] 次に、本開示の方向性電磁鋼板の製造条件について説明する。

[0035] まず、上述した成分組成を有する溶鋼を用いて鋼スラブを製造する。鋼スラブの製造方法は特に限定されず、通常の造塊法及び連続鑄造法で鋼スラブを製造してもよいし、100mm以下の厚さの鋼スラブを直接鑄造法で製造してもよい。これら鋼スラブを、通常の方法でスラブ加熱した後熱間圧延を施す。鑄造後加熱せずに直ちに熱間圧延を施してもよい。

[0036] 熱間圧延前に、鋼スラブを1300℃以上にスラブ加熱する。鋼スラブを1300℃以上にスラブ加熱することで、インヒビタ成分を十分に固溶させることができる。なお、スラブ加熱温度は、スラブ表面温度を基準とする。

[0037] 次いで、加熱後の鋼スラブに熱間圧延を施して熱延板とする。上述した理由から、熱間圧延の仕上圧延の総圧下率は83%以上とする必要がある。熱

間圧延の仕上圧延の総圧下率を83%以上とすることで、被膜密着性を高め、欠陥のない均一で密着性の優れた被膜を有し、かつ磁気特性も優れた方向性電磁鋼板を得ることができる。熱間圧延の仕上圧延の総圧下率は、好ましくは87%以上、より好ましくは90%以上とする。熱間圧延の仕上圧延の総圧下率の上限は特に限定されないがコストの観点から96%以下とすることが好ましい。なお、熱間圧延のパス数及び各パスにおける圧下率は特に限定されない。

[0038] 熱延板の組織制御の観点から、好ましくは、1100℃以上、また好ましくは1300℃以下で1パス以上の粗圧延を施す。続いて、800℃以上、また1100℃以下で2パス以上の仕上圧延を施すことが、熱延板の組織制御の観点で好ましい。また、巻取り温度を400℃以上とし、また750℃以下とすることが炭化物の組織制御と割れ等の欠陥防止の両方の観点で好ましい。巻取り温度は、より好ましくは500℃以上であり、また700℃以下である。なお、熱間圧延における温度、及び巻取り温度は、巻取り直前の鋼板表面を基準とする。

[0039] 次いで、熱延板に対して、任意で熱延板焼鈍を施すことができる。熱延板焼鈍を施すことで組織の均一化がはかれ、磁気特性のばらつきを小さくすることが可能となる。組織を均一化する観点から、熱延板焼鈍の焼鈍条件は800℃以上、また1250℃以下で5秒以上の保持とすることが好ましい。熱延板焼鈍の焼鈍条件は、より好ましくは900℃以上、また1150℃以下で、10秒以上、また180秒以下の保持とする。上記温度域における保持後の冷却においては、800℃から350℃までの温度域で5℃/s以上、また100℃/s以下の平均冷却速度とすることが、第二相や析出物の形態制御の観点で好ましい。上記温度域における保持後の冷却においては、より好ましくは、800℃から350℃までの温度域での平均冷却速度を15℃/s以上とし、また45℃/s以下とする。

[0040] 次いで、冷間圧延に先立って、任意で熱間圧延時に生成した表面のスケールを除去する。スケールを除去する手法は特に限定されず、加熱された酸を

使用する方法（酸洗）や、機械的にスケールを除去する方法など、公知の方法でよい。

[0041] 任意でスケールを除去した後、任意で中間焼鈍を挟む1回以上の冷間圧延を施して、最終板厚を有する冷延板とする。1回目の冷間圧延では、その総圧下率を50%以上とすることが上述の理由により必須である。1回目の冷間圧延の総圧下率を50%以上とすることで、被膜密着性を高め、欠陥のない均一で密着性の優れた被膜を有し、かつ磁気特性も優れた方向性電磁鋼板を得ることができる。1回目の冷間圧延の総圧下率は、好ましくは53%以上、より好ましくは55%以上、さらに好ましくは60%以上とする。1回目の冷間圧延の総圧下率の上限は特に限定されないが、圧延負荷を低減する観点で92%以下とすることが好ましい。なお、冷間圧延では、圧延荷重を低減し、圧延形状をより良好にするため、圧延油等の潤滑剤を使用することが好ましい。

[0042] 1回目の冷延圧延後、任意で中間焼鈍を行なう。中間焼鈍では、800℃以上1250℃以下の温度域で5秒以上保持することが好ましい。中間焼鈍の焼鈍温度を800℃以上とすることで再結晶粒が過度に細くなることを防ぎ、一次再結晶組織においてGoss方位結晶粒の核を良好に成長させ、磁気特性をより向上することができる。中間焼鈍の温度を1250℃以下とすることで、インヒビタの急激な成長や分解を防ぎ、磁気特性をより向上することができる。

[0043] 上記温度域における保持後の冷却では、800℃から350℃までの平均冷却速度を5℃/s以上とし、また100℃/s以下とすることが、第二相及び析出物の形態制御の観点で好ましい。より好ましくは、800℃から350℃までの平均冷却速度は、15℃/s以上であり、また45℃/s以下である。なお、中間焼鈍における温度は、鋼板表面を基準とする。

[0044] 1回目の冷間圧延後、中間焼鈍前には、1回目の冷間圧延時に用いた潤滑剤を除去するために、1回目の冷間圧延後の冷延板表面を脱脂することが好ましい。また、中間焼鈍後は、冷延板表面のスケールを除去することが好ま

しい。スケールを除去する手法は特に限定されず、加熱された酸を使用する方法（酸洗）や、機械的にスケールを除去するなど、公知の方法でよい。

[0045] 次いで、任意で中間焼鈍を施した冷延板に対して、さらに1回以上の冷間圧延を施してもよい。複数回の冷間圧延を行う場合は、複数回の冷間圧延の総圧下率を50%以上とし、また92%以下とすることが、組織制御の観点で好ましい。また、複数回の冷間圧延を行う場合、各々の冷間圧延で、総圧下率を50%以上とすることが好ましく、また92%以下とすることが好ましい。

[0046] 次いで、Siを含有する化合物を表面に付着させるのに先立って、脱脂や酸洗を行い、冷延板表面を清浄化することが好ましい。脱脂や酸洗の条件は常法によることができる。

[0047] 本発明では、脱炭焼鈍前の冷延板表面に、Siを含有する化合物をSi重量換算で片面当たり0.1~7.0mg/m²の範囲で付着させることが、上述の理由により必須である。Siを含有する化合物（以下、Si化合物ともいう）は、実質的にSi、O、HあるいはSi、Oからなる。すなわち、SiO₂で表されるシリカ又はこれにH₂Oが結合した化合物等がSi化合物に該当する。好ましくは、脱炭焼鈍前の冷延板表面に、Siを含有する化合物をSi重量換算で片面当たり0.2~6.1mg/m²、より好ましくは1~5mg/m²の範囲で付着させる。このSi化合物を冷延板表面に付着させる手法としては、例えば、オルト珪酸（H₄SiO₄）、メタ珪酸（H₂SiO₃）、コロイダルシリカのような水溶状超微粒SiO₂、及び珪酸アルカリ水溶液中で鋼板を電解処理することなどが挙げられる。

[0048] 次いで、冷延板に脱炭焼鈍を施して脱炭焼鈍板とする。脱炭焼鈍の条件は特に限定されず、常法によることができる。脱炭焼鈍は、750℃以上、また950℃以下の温度域で行うことが脱炭が促進される温度域のため好ましい。また、上記温度域における保持時間は、鋼中のCを十分脱炭させるために10秒以上とすることが好ましい。脱炭焼鈍の上記温度域における雰囲気は、酸化性に影響するH₂と不活性ガスのN₂とを含むことが酸化性制御が容易

となるため好ましい。さらに、脱炭焼鈍の少なくとも一部にて、露点が20℃以上80℃以下の湿潤雰囲気とすることが好ましい。さらに好ましくは、脱炭焼鈍において、800℃以上900℃以下の温度域にて、露点を40℃以上70℃以下とする。なお、脱炭焼鈍における温度は、鋼板表面を基準とする。

[0049] 好ましくは、脱炭焼鈍を前段焼鈍と後段焼鈍とに分け、前段焼鈍は雰囲気酸化性 $P(H_2O) / P(H_2)$ が0.3以上0.7以下、後段焼鈍は雰囲気酸化性 $P(H_2O) / P(H_2)$ が0.005以上0.2以下の焼鈍雰囲気にて行う。このような条件にて脱炭焼鈍を施せば、高酸化性で形成された表面付近のファイアライトの一部がシリカに変化し、被膜密着性がさらに向上する。

[0050] 次いで、脱炭焼鈍板の表裏両面に焼鈍分離剤を塗布した後、仕上焼鈍を施して方向性電磁鋼板を得る。焼鈍分離剤としては公知の焼鈍分離剤を用いることができる。特にMgOを主体とする焼鈍分離剤を、脱炭焼鈍板の表面に片面当たり2.5g/m²以上塗布することが仕上焼鈍時の鋼板同士の融着を完全に防止できるため好ましい。ここで、MgOを主体とするとは、焼鈍分離剤中におけるMgOの含有量が、固形分換算で60%以上であることを意味する。焼鈍分離剤中におけるMgOの含有量は、好ましくは固形分換算で80%以上である。焼鈍分離剤を脱炭焼鈍板の表面に塗布する方法は、特に限定されず、公知の方法によればよい。例えば、焼鈍分離剤はスラリー状で脱炭焼鈍板の表面に塗布されるほか、静電塗装により乾式塗布され得る。スラリー状の焼鈍分離剤を塗布する際は、粘度上昇を抑制するために、スラリー状の焼鈍分離剤は5℃以上30℃以下の一定温度で保持されることが粘度等の液特性の変動を抑え、一定の目付量で塗布できるため好ましい。また、スラリー濃度を均一化するために、スラリー状の焼鈍分離剤について、調合用のタンクと、塗布に供するタンクとを分けることが好ましい。

[0051] 次いで、焼鈍分離剤を塗布した後に脱炭焼鈍板に仕上焼鈍を施す。これにより、二次再結晶粒を発達させると共にフォルステライト被膜を形成させて

、磁気特性に優れる方向性電磁鋼板を得ることが可能である。仕上焼鈍は常法によることができる。一例においては、脱炭焼鈍板をコイル状に巻き取って鋼板コイルとした状態で仕上焼鈍を施す。一般的に仕上焼鈍には長時間費やすために、鋼板コイルはアップエンド（鋼板コイルの中心軸が、地面に対して垂直）の状態焼鈍されることが好ましい。仕上焼鈍前に鋼板コイルの周囲にバンド等を巻き付けることが好ましい。アップエンドの鋼板コイルの外巻が仕上焼鈍中に巻きほぐれることを防止することができるためである。

[0052] 仕上焼鈍は二次再結晶を完了させるために800℃以上に昇温させることが好ましく、フォルステライト被膜を形成させる場合は1050℃以上に昇温させることが好ましい。また、インヒビタ成分等を鋼中から純化させて良好な鉄損特性を得るために、仕上焼鈍においては、1100℃以上、また1300℃以下で3時間以上保持することが好ましい。また、仕上焼鈍においては、800℃以上の温度範囲内の少なくとも一部の雰囲気はH₂を含むことが純化促進及び被膜形成促進の観点で好ましい。

[0053] 仕上焼鈍後には、付着した焼鈍分離剤を除去するため、水洗やブラッシング、酸洗を行ってもよい。酸洗後の方向性電磁鋼板に、さらに平坦化焼鈍を行い形状を矯正することが、鉄損低減のために有効である。方向性電磁鋼板は鋼板を積層して使用することが多いため、絶縁性を確保するために方向性電磁鋼板の表面に絶縁コーティングを施してもよい。該絶縁コーティングは、鉄損低減のために方向性電磁鋼板に張力を付与できるコーティングが好ましい。平坦化焼鈍前に該絶縁コーティングの液を塗布し、平坦化焼鈍で焼き付けを行ってもよい。他にも、バインダーを介した張力コーティング塗布方法、物理蒸着法、化学蒸着法により無機物を鋼板表層に蒸着させてコーティングする方法を採用してもよい。これらの方法によりコーティングを行えば、コーティング密着性に優れ、かつ著しい鉄損低減効果があるため好ましい。

[0054] なお、上記した条件以外の製造条件は、常法によることができる。

実施例

[0055] (実施例1)

質量%で、C : 0.051%、Si : 3.08%、Mn : 0.09%、Se : 0.020%、Ti : 0.002%、Al : 0.002%、N : 0.0010%を含み、残部がFe及び不可避免の不純物からなる成分組成を有する鋼スラブを、1400℃の温度にスラブ加熱し、4パスの粗圧延と6パスの仕上圧延とを施して熱延板とした。その際、粗圧延の最終パスにおける圧延温度を1200℃とし、仕上圧延の最終パスにおける圧延温度を950℃とした。さらに、仕上圧延の総圧下率を表1記載のごとく変更した。次いで、熱延板表面のスケールを酸洗で除去した後、1回目の冷間圧延の総圧下率を表1記載のごとく変更し、次いで1000℃で200秒の中間焼鈍を施した。この中間焼鈍の800℃から350℃までの冷却速度は30℃/sとした。その後、2回目の冷間圧延を行い、板厚0.23mmの冷延板に仕上げた。2回目の冷間圧延の総圧下率は、67.1~87.2%であった。引き続いて、電解脱脂を兼ねて5%オルト珪酸ナトリウム水溶液中で種々の条件にて電解処理を行って、脱炭焼鈍前の冷延板表面にSi化合物を付着させた。Si化合物の片面当たりの付着量は、表1に記載のごとく変化させた。なお、Si化合物の付着量は、上述した方法にて決定した。次いで、850℃×120秒、50% H_2 +50% N_2 、露点60℃(雰囲気酸化性 $P(H_2O)/P(H_2)=0.494$)にて脱炭焼鈍を施して、脱炭焼鈍板とした。次いで、脱炭焼鈍板の表面に固形分換算で85質量%以上の MgO を含む焼鈍分離剤を片面当たり10.0g/m²塗布した後、1200℃で5時間保持する仕上焼鈍を施して方向性電磁鋼板を得た。仕上焼鈍の雰囲気は、昇温中800℃までは N_2 雰囲気とし、800℃から1050℃までは25% N_2 +75% H_2 雰囲気とし、1050℃以上から1200℃での保持終了までを H_2 雰囲気とし、保持後の冷却時はAr雰囲気とした。

[0056] 得られた方向性電磁鋼板からサンプルを切り出して、被膜密着性及び磁気特性を評価した。被膜密着性はサンプルを種々の直径を有した円筒に巻き付けて、被膜が剥がれない最小径で評価した。被膜が剥がれない最小径が25

mm以下であれば、被膜密着性に優れると判断した。磁気特性は、鉄損 $W_{17/50}$ （磁束密度1.7T、50Hz励磁時の鉄損）をJIS C2550-1（2011）記載の方法で測定した。鉄損 $W_{17/50}$ が0.900W/kg以下であれば、鉄損特性に優れると判断した。これら被膜密着性及び磁気特性の評価結果を表1に併記する。

[0057]

[表1]

表1

No.	熱間圧延仕上圧 延の総圧下率 %	1回目の冷間圧 延の総圧下率 %	2回目の冷間圧 延の総圧下率 %	Si化合物付着量 mg/m ²	鉄損 W17/50 W/kg	被膜が剥がれない 曲げ円筒の最小径 mm	備考
1	<u>82.0</u>	<u>48.6</u>	87.2	0.8	0.882	55	比較例
2	<u>82.0</u>	<u>48.6</u>	87.2	<u>0.0</u>	0.886	40	比較例
3	<u>82.0</u>	57.1	84.7	2.8	0.897	35	比較例
4	84.0	<u>43.8</u>	87.2	1.9	0.876	35	比較例
5	84.0	53.1	84.7	0.2	0.862	25	発明例
6	84.0	53.1	84.7	3.0	0.842	25	発明例
7	84.0	53.1	84.7	<u>8.2</u>	0.855	40	比較例
8	92.3	<u>44.4</u>	84.7	1.2	0.891	35	比較例
9	92.3	74.1	67.1	<u>0.0</u>	0.872	50	比較例
10	92.3	74.1	67.1	0.4	0.841	20	発明例
11	92.3	74.1	67.1	2.7	0.845	20	発明例
12	92.3	74.1	67.1	6.1	0.859	25	発明例
13	92.3	74.1	67.1	<u>9.2</u>	0.864	45	比較例

[0058] 同表から明らかなように、本発明範囲内の条件では、磁気特性が良好かつ被膜密着性も良好となることがわかる。

[0059] (実施例2)

表2に記載の成分組成を有する鋼スラブを、1425℃の温度にスラブ加熱し、1270℃から粗圧延を4パスで行い、1050℃から仕上圧延を5パスで行う熱間圧延により3.0mmの板厚を有する熱延板に仕上げた。この際、仕上圧延の総圧下率は92.5%であった。次いで、熱延板表面のスケールを酸洗で除去した後、985℃で30秒間の熱延板焼鈍を施した。985℃での保持後、800℃から350℃までの平均冷却速度を70℃/sとして冷却した。次いで、1回目の冷間圧延により、板厚を0.74mmに仕上げた。1回目の冷間圧延の総圧下率は75.3%であった。次いで、1100℃で40秒間の中間焼鈍を施した。1100℃での保持後は、800℃から350℃までの平均冷却速度を20℃/sとして冷却した。その後、2回目の冷間圧延を行い板厚0.23mmの冷延板に仕上げた。2回目の冷間圧延の総圧下率は68.9%であった。引き続き電解脱脂を兼ねて2%メタ珪酸ナトリウム水溶液中での電解処理を行って、冷延板表面にSi化合物をSi重量換算で片面当たり1.2mg/m²付着させた。次いで、前段を840℃×100秒、54% H_2 +46% N_2 、露点64℃(雰囲気酸化性 $P(H_2O)/P(H_2)=0.578$)とし、後段を840℃×20秒、54% H_2 +46% N_2 、露点30℃(雰囲気酸化性 $P(H_2O)/P(H_2)=0.082$)とする脱炭焼鈍を施して脱炭焼鈍板を得た。次いで、脱炭焼鈍板表面にMgOを主体とする焼鈍分離剤を片面当たり6.5g/m²塗布した後、1200℃で5時間保持する仕上焼鈍を施した。仕上焼鈍の雰囲気は昇温中1000℃までは N_2 雰囲気とし、1100℃以上から1200℃の保定終了を経て、冷却時の温度が1000℃までを H_2 雰囲気とし、その後の冷却ではAr雰囲気とした。得られたサンプルの被膜密着性及び磁気特性を実施例1と同様に評価した。被膜密着性及び磁気特性の評価結果を表2に併記する。

[0060] [表2]

表2

No.	C %	Si %	Mn %	S %	Se %	Ti %	Al %	N %	その他成分 %	鉄損 Wt/50 W/kg	被膜が剥がれない 曲げ円筒の最小径 mm	備考
14	0.037	3.27	0.090	-	0.030	0.003	0.001	0.0007		0.870	25	発明例
15	0.021	3.63	0.080	0.019	-	0.002	0.003	0.0016		0.867	25	発明例
16	0.030	2.96	0.050	0.013	0.022	0.006	0.003	0.0037		0.863	25	発明例
17	<u>0.007</u>	3.75	0.190	0.011	0.015	0.003	0.002	0.0025		<u>1.601</u>	<u>50</u>	比較例
18	<u>0.123</u>	2.87	0.270	0.015	0.008	0.003	0.002	0.0021		<u>1.567</u>	25	比較例
19	0.082	<u>1.77</u>	0.130	0.019	0.018	0.002	0.001	0.0015		<u>1.562</u>	25	比較例
20	0.043	<u>4.59</u>	0.080	0.018	0.028	0.002	0.001	0.0022		<u>1.592</u>	<u>30</u>	比較例
21	0.045	2.82	<u>0.007</u>	0.008	0.013	0.003	0.002	0.0020		<u>1.571</u>	25	比較例
22	0.039	3.33	<u>0.410</u>	0.018	0.014	0.002	0.002	0.0009		<u>1.597</u>	<u>30</u>	比較例
23	<u>0.066</u>	3.77	0.200	<u>0.002</u>	<u>0.002</u>	0.002	0.003	0.0009		<u>1.554</u>	25	比較例
24	0.059	3.31	0.160	<u>0.039</u>	<u>0.072</u>	0.002	0.002	0.0008		<u>1.598</u>	25	比較例
25	0.046	3.15	0.090	0.002	0.024	<u>0.018</u>	0.002	0.0007		<u>1.561</u>	<u>30</u>	比較例
26	0.070	3.34	0.150	0.031	0.008	0.001	<u>0.012</u>	0.0011		<u>1.596</u>	<u>30</u>	比較例
27	0.066	3.71	0.070	0.012	0.012	0.003	0.001	<u>0.0058</u>		<u>1.547</u>	25	比較例
28	0.066	3.27	0.160	-	0.024	0.002	0.008	0.0025	P:0.012, Sb:0.005, Nb:0.007, Cu: 0.27	0.844	25	発明例
29	0.045	3.95	0.060	0.012	-	0.003	0.003	0.0006	Ni:1.24, Zr:0.008, Nb:0.0033	0.847	25	発明例
30	0.063	3.56	0.070	0.019	0.008	0.001	0.002	0.0019	Sm:0.011, B:23ppm, Sb:0.31, Y:0.085	0.858	25	発明例
31	0.078	3.86	0.080	0.012	0.020	0.002	0.001	0.0009	Cr:0.012, Bi:0.17, Y:0.002, Mo:0.31	0.853	25	発明例
32	0.081	2.71	0.090	0.008	0.009	0.001	0.002	0.0021	Cu:0.02, Mo:0.007, Zr:0.07	0.846	25	発明例
33	0.025	3.82	0.240	0.019	0.028	0.002	0.001	0.0012	Sn:0.44, Ni:0.04, P:0.23	0.850	25	発明例
34	0.040	3.31	0.140	0.019	0.005	0.007	0.002	0.0008	Bi:0.008, Cr:0.27, Sb:0.06, B:5ppm	0.854	25	発明例
35	0.064	3.24	0.060	0.015	-	0.002	0.001	0.0003	Co:0.002, Pb:0.0090	0.865	20	発明例
36	0.042	3.00	0.080	0.008	0.021	0.002	0.002	0.0009	Co:0.0040	0.866	20	発明例
37	0.059	3.38	0.100	0.012	0.015	0.001	0.002	0.0036	Co:0.038, Pb:0.0002	0.862	20	発明例
38	0.067	3.51	0.080	0.006	0.005	0.001	0.001	0.0020	As:0.0020, Zn:0.015, Ga:0.0040	0.844	20	発明例
39	0.045	3.46	0.100	-	0.028	0.002	0.003	0.0032	Zn:0.002, W:0.0060, Ge:0.0040	0.846	20	発明例
40	0.062	3.37	0.140	0.012	0.020	0.002	0.002	0.0017	W:0.0020, Ge:0.0003, Ga:0.0010	0.855	20	発明例
41	0.054	3.55	0.070	0.008	0.014	0.002	0.002	0.0012	W:0.0050, Sb:0.03	0.832	20	発明例
42	0.066	3.51	0.050	0.012	0.037	0.001	0.001	0.0022	Sb:0.03, Co:0.004, Zn:0.006	0.834	20	発明例

[0061] 同表から明らかなように、本発明範囲内の条件では、磁気特性が良好でかつ被膜密着性も良好となることがわかる。

[0062] (実施例3)

質量%で、C : 0.040%、Si : 3.00%、Mn : 0.07%、S : 0.007%、Se : 0.020%、Ti : 0.001%、Al : 0.002%、N : 0.0015%、Mo : 0.022%、及びSb : 0.035%を含む鋼スラブを、1420℃の温度にスラブ加熱し、1300℃から粗圧延を4パスで行い、1100℃から仕上圧延を5パスで行う熱間圧延により、2.4mmの板厚の熱延板に仕上げた。この際、仕上圧延の総圧下率は93.1%であった。次いで、熱延板表面のスケールを酸洗で除去した後、1回目の冷間圧延により板厚を0.65mmに仕上げた。1回目の冷間圧延の総圧下率は72.9%であった。次いで、1060℃で80秒間の中間焼鈍を施した。1060℃での保持後、800℃から350℃までの冷却速度は40℃/sとして冷却した。その後、2回目の冷間圧延を行い、板厚0.27mmの冷延板に仕上げた。2回目の冷間圧延の総圧下率は58.5%であった。引き続いて、3%オルト系酸ナトリウム水溶液中でブラッシングによる脱脂を行い、次いで5%HC1中で60℃、3秒間の酸洗を行い、さらに3%オルト珪酸ナトリウム水溶液中での電解処理を行って、冷延板表面にSi化合物をSi重量換算で片面当たり3.5mg/m²付着させた。次いで、表3に記載の条件で種々の脱炭焼鈍を施した。次いで脱炭焼鈍板の表面に固形分換算で85質量%以上のMgOを含む焼鈍分離剤を片面当たり4.0g/m²塗布した後、1200℃で5時間保持する仕上焼鈍を施して方向性電磁鋼板を得た。仕上焼鈍の雰囲気は、昇温中900℃まではN₂雰囲気とし、900℃以上から1200℃の保定終了を経て、冷却時の温度が1000℃までをH₂雰囲気とし、その後の冷却ではAr雰囲気とした。得られたサンプルの被膜密着性及び磁気特性を実施例1と同様に評価した。本実施例は最終板厚が実施例1と異なるため、板厚依存性が顕著な鉄損 $W_{1.7/5.0}$ は1.000W/kg以下であれば、鉄損特性に優れると判断した。得られたサンプルの被膜密着性及び磁気特性の評価結果を表3に併記する。

[0063]

[表3]

No.	前段				後段				鉄損 WT7/50 W/kg	被膜が剥がれない 曲げ半径の最小径 mm	備考
	温度と時間	雰囲気	露点	雰囲気酸化性	温度と時間	雰囲気	露点	雰囲気酸化性			
32	840°C × 80秒	50%H ₂ + 50%N ₂	64°C	0.624	840°C × 20秒	50%H ₂ + 50%N ₂	64°C	0.624	0.941	25	発明例
33	840°C × 80秒	50%H ₂ + 50%N ₂	64°C	0.624	840°C × 20秒	50%H ₂ + 50%N ₂	20°C	0.048	0.945	15	発明例
34	840°C × 80秒	50%H ₂ + 50%N ₂	64°C	0.624	860°C × 30秒	56%H ₂ + 44%N ₂	30°C	0.079	0.950	20	発明例
35	840°C × 120秒	50%H ₂ + 50%N ₂	54°C	0.352	840°C × 10秒	50%H ₂ + 50%N ₂	42°C	0.178	0.932	20	発明例
36	840°C × 120秒	60%H ₂ + 40%N ₂	62°C	0.463	840°C × 100秒	60%H ₂ + 40%N ₂	0°C	0.010	0.945	20	発明例

表3

[0064] 同表から明らかなように、本発明範囲内の条件で磁気特性が良好でかつ被膜密着性も良好となることがわかる。また、脱炭焼鈍の前段焼鈍が雰囲気酸化性 $P(H_2O) / P(H_2)$ が0.3以上0.7以下、かつ後段焼鈍が雰囲気酸化性 $P(H_2O) / P(H_2)$ が0.005以上0.2以下の焼鈍雰囲気であれば、特に被膜密着性に優れることがわかった。

請求の範囲

[請求項1]

質量%で、

C : 0.01%以上0.10%以下、

Si : 2.0%以上4.0%以下、

Mn : 0.01%以上0.30%以下、

Ti : 0.010%以下、

Al : 0.010%以下及び

N : 0.0050%以下を含有し、さらに

S及びSeのうちいずれか1種または2種を合計で0.005%以上0.10%以下含有し、残部がFe及び不可避免の不純物からなる成分組成を有する鋼スラブを、1300℃以上にスラブ加熱し、熱間圧延を施して熱延板とし、

次いで、前記熱延板に熱延板焼鈍を施しもしくは施すことなく、任意で中間焼鈍を挟む1回以上の冷間圧延を施して冷延板とし、

次いで、前記冷延板に、脱炭焼鈍を施して脱炭焼鈍板とし、

次いで、前記脱炭焼鈍板の表面に焼鈍分離剤を塗布した後、仕上焼鈍を施して方向性電磁鋼板を得る、方向性電磁鋼板の製造方法において、

前記熱間圧延における仕上圧延の総圧下率を83%以上とし、かつ1回目の前記冷間圧延の総圧下率を50%以上とし、

前記脱炭焼鈍前の前記冷延板の表面にSiを含有する化合物をSi重量換算で片面当たり0.1mg/m²以上7.0mg/m²以下付着させる、方向性電磁鋼板の製造方法。

[請求項2]

前記脱炭焼鈍を前段焼鈍と後段焼鈍とに分け、

前記前段焼鈍は雰囲気酸化性 $P(H_2O) / P(H_2)$ が0.3以上0.7以下、

前記後段焼鈍は雰囲気酸化性 $P(H_2O) / P(H_2)$ が0.005以上0.2以下の焼鈍雰囲気にて行う、請求項1に記載の方向性電

磁鋼板の製造方法。

[請求項3]

前記熱間圧延では、前記スラブ加熱後、前記鋼スラブに1100℃以上1300℃以下で1パス以上の粗圧延を施し、続いて800℃以上1100℃以下で2パス以上の仕上圧延を施し、巻取り温度を400℃以上750℃以下とし、

前記熱延板焼鈍では、熱延板を、800℃以上1250℃以下で5秒以上保持した後、800℃から350℃までの平均冷却速度を5℃/s以上100℃/s以下として冷却し、

前記冷間圧延の総圧下率を50%以上92%以下とし、かつ各回の前記冷間圧延の総圧下率を50%以上92%以下とし、

前記中間焼鈍では、800℃以上1250℃以下の温度域で5秒以上保持した後、800℃から350℃までの平均冷却速度を5℃/s以上100℃/s以下として冷却し、

前記脱炭焼鈍では、 H_2 と N_2 とを含む雰囲気にて、前記冷延板を750℃以上950℃以下にて10秒以上保持し、

前記仕上焼鈍前に、 MgO を含む前記焼鈍分離剤を前記脱炭焼鈍板の表面に片面当たり2.5g/m²以上塗布し、

前記仕上焼鈍では、800℃以上の温度範囲内の少なくとも一部における雰囲気が H_2 を含む条件にて、前記脱炭焼鈍板を1050℃以上1300℃以下で3時間以上保持する、請求項1又は2に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[請求項4]

前記成分組成は、さらに質量%又は質量ppmで、

Ni：0%以上1.50%以下、

Cr：0%以上0.50%以下、

Cu：0%以上0.50%以下、

P：0%以上0.50%以下、

Sb：0%以上0.50%以下、

Sn：0%以上0.50%以下、

B i : 0%以上0.50%以下、
M o : 0%以上0.50%以下、
B : 0ppm以上25ppm以下、
N b : 0%以上0.020%以下、
V : 0%以上0.010%以下及び
Z r : 0%以上0.10%以下からなる群から選ばれる1種または
2種以上を含有する、請求項1から3のいずれか1項に記載の方向性
電磁鋼板の製造方法。

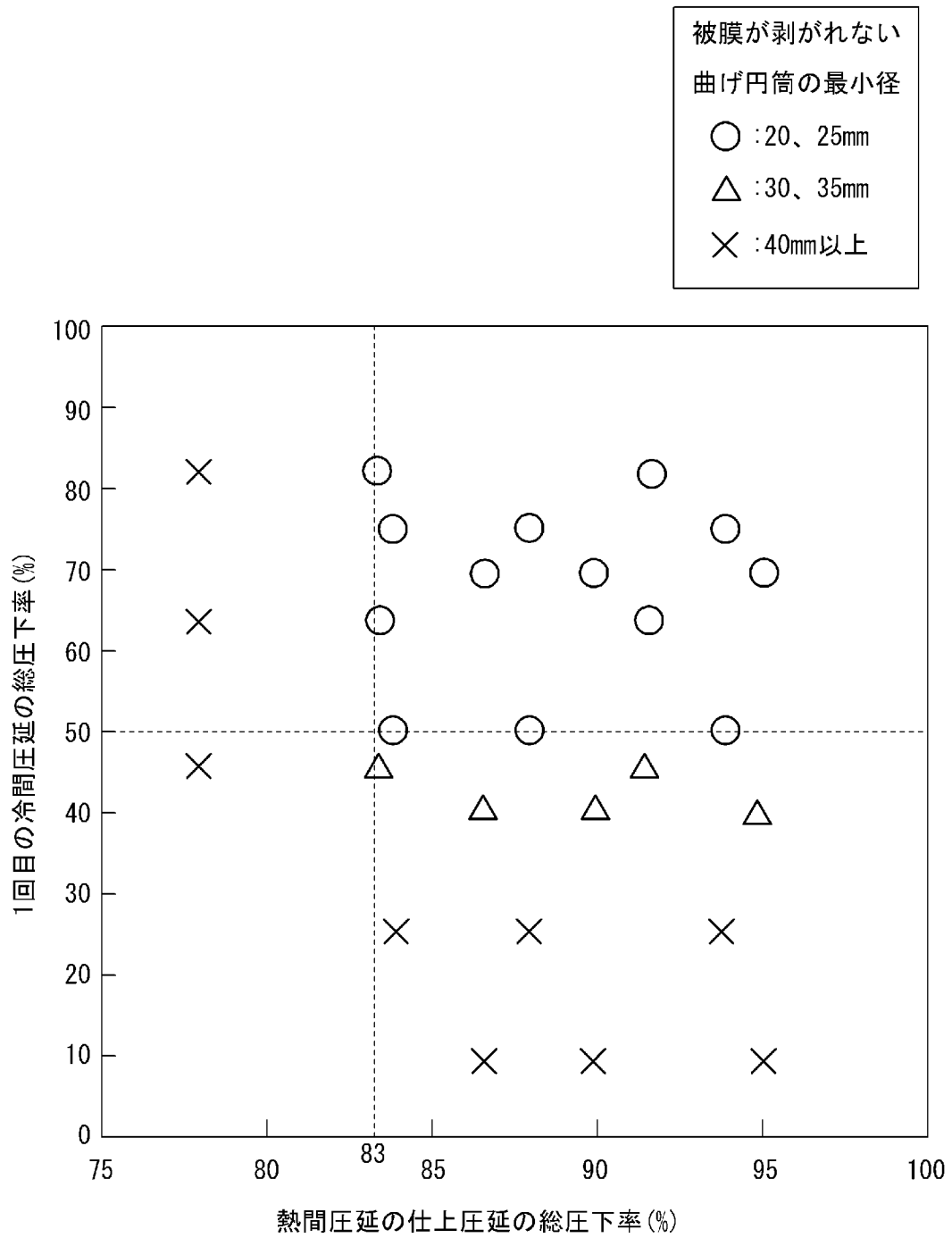
[請求項5]

前記成分組成は、さらに質量%で、
C o : 0%以上0.050%以下及び
P b : 0%以上0.0100%以下からなる群から選ばれる1種ま
たは2種を含有する、請求項1から4のいずれか1項に記載の方向性
電磁鋼板の製造方法。

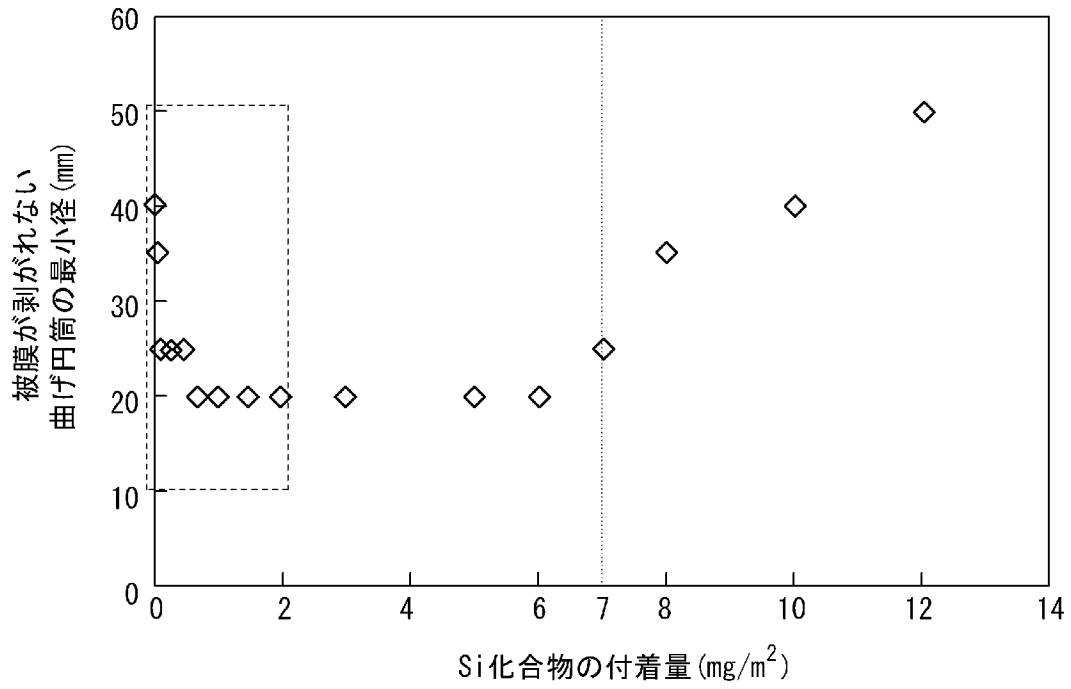
[請求項6]

前記成分組成は、さらに質量%で、
A s : 0%以上0.0200%以下、
Z n : 0%以上0.020%以下、
W : 0%以上0.0100%以下
G e : 0%以上0.0050%以下及び
G a : 0%以上0.0050%以下からなる群から選ばれる1種ま
たは2種以上を含有する、請求項1から5のいずれか1項に記載の方
向性電磁鋼板の製造方法。

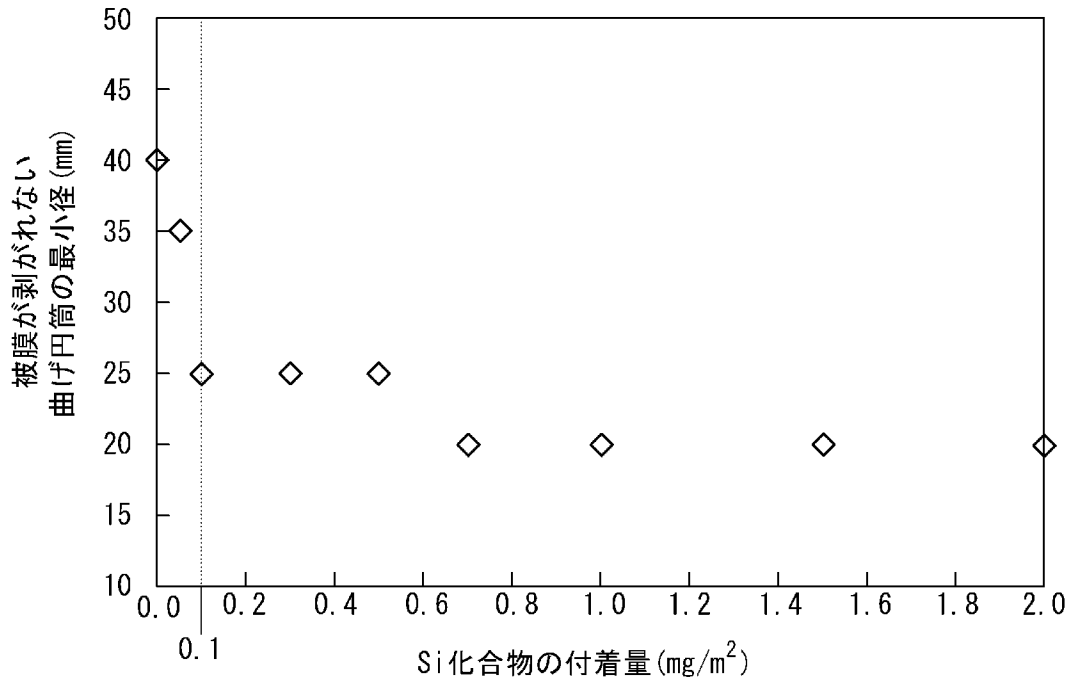
[図1]



[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2022/021832

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>C21D 8/12</i> (2006.01)i; <i>C22C 38/00</i> (2006.01)i; <i>C22C 38/60</i> (2006.01)i; <i>H01F 1/147</i> (2006.01)i FI: C21D8/12 B; H01F1/147 175; C22C38/00 303U; C22C38/60		
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) C21D8/12; C22C38/00; C22C38/60; H01F1/147		
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 1971-2022 Registered utility model specifications of Japan 1996-2022 Published registered utility model applications of Japan 1994-2022		
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 8-143963 A (KAWASAKI STEEL CORP.) 04 June 1996 (1996-06-04) entire text	1-6
A	JP 4-120215 A (KAWASAKI STEEL CORP.) 21 April 1992 (1992-04-21) entire text	1-6
A	JP 2017-106057 A (NIPPON STEEL & SUMITOMO METAL CORP.) 15 June 2017 (2017-06-15) entire text	1-6
A	JP 2011-246750 A (NIPPON STEEL CORP.) 08 December 2011 (2011-12-08) entire text	1-6
A	JP 5-9580 A (KAWASAKI STEEL CORP.) 19 January 1993 (1993-01-19) entire text	1-6
A	JP 7-76733 A (ARAI, Kenichi, NIPPON KOKAN K.K.) 20 March 1995 (1995-03-20) entire text	1-6
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> 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 02 August 2022		Date of mailing of the international search report 09 August 2022
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

International application No.

PCT/JP2022/021832

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2015/199211 A1 (NIPPON STEEL & SUMITOMO METAL CORP.) 30 December 2015 (2015-12-30) entire text	1-5
A	JP 2013-139629 A (JFE STEEL CORP.) 18 July 2013 (2013-07-18) entire text	1-6
A	JP 11-264019 A (KAWASAKI STEEL CORP.) 28 September 1999 (1999-09-28) entire text	2-6
A	JP 8-143970 A (KAWASAKI STEEL CORP.) 04 June 1996 (1996-06-04) entire text	2-6
A	WO 2020/149347 A1 (NIPPON STEEL CORP.) 23 July 2020 (2020-07-23) entire text	3-6

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2022/021832

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP 8-143963 A	04 June 1996	(Family: none)	
JP 4-120215 A	21 April 1992	(Family: none)	
JP 2017-106057 A	15 June 2017	(Family: none)	
JP 2011-246750 A	08 December 2011	(Family: none)	
JP 5-9580 A	19 January 1993	US 5330586 A entire text	
JP 7-76733 A	20 March 1995	(Family: none)	
WO 2015/199211 A1	30 December 2015	US 2017/0098498 A1 entire text EP 3162907 A1 KR 10-2017-0002536 A CN 106460122 A	
JP 2013-139629 A	18 July 2013	(Family: none)	
JP 11-264019 A	28 September 1999	(Family: none)	
JP 8-143970 A	04 June 1996	(Family: none)	
WO 2020/149347 A1	23 July 2020	EP 3913108 A1 entire text CN 113302336 A KR 10-2021-0111279 A	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） C21D 8/12(2006.01)i; C22C 38/00(2006.01)i; C22C 38/60(2006.01)i; H01F 1/147(2006.01)i FI: C21D8/12 B; H01F1/147 175; C22C38/00 303U; C22C38/60		
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）） C21D8/12; C22C38/00; C22C38/60; H01F1/147 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 - 2022年 日本国実用新案登録公報 1996 - 2022年 日本国登録実用新案公報 1994 - 2022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 8-143963 A (川崎製鉄株式会社) 04.06.1996 (1996 - 06 - 04) 全文	1-6
A	JP 4-120215 A (川崎製鉄株式会社) 21.04.1992 (1992 - 04 - 21) 全文	1-6
A	JP 2017-106057 A (新日鐵住金株式会社) 15.06.2017 (2017 - 06 - 15) 全文	1-6
A	JP 2011-246750 A (新日本製鐵株式会社) 08.12.2011 (2011 - 12 - 08) 全文	1-6
A	JP 5-9580 A (川崎製鉄株式会社) 19.01.1993 (1993 - 01 - 19) 全文	1-6
A	JP 7-76733 A (荒井 賢一、日本鋼管株式会社) 20.03.1995 (1995 - 03 - 20) 全文	1-6
A	WO 2015/199211 A1 (新日鐵住金株式会社) 30.12.2015 (2015 - 12 - 30) 全文	1-5
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input checked="" type="checkbox"/> 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、一般的な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	国際調査報告の発送日	
02.08.2022	09.08.2022	
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） 河口 展明 4K 3770 電話番号 03-3581-1101 内線 3435	

C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリ*	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 2013-139629 A (J F E スチール株式会社) 18.07.2013 (2013 - 07 - 18) 全文	1-6
A	JP 11-264019 A (川崎製鉄株式会社) 28.09.1999 (1999 - 09 - 28) 全文	2-6
A	JP 8-143970 A (川崎製鉄株式会社) 04.06.1996 (1996 - 06 - 04) 全文	2-6
A	WO 2020/149347 A1 (日本製鉄株式会社) 23.07.2020 (2020 - 07 - 23) 全文	3-6

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/JP2022/021832

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP 8-143963 A	04.06.1996	(ファミリーなし)	
JP 4-120215 A	21.04.1992	(ファミリーなし)	
JP 2017-106057 A	15.06.2017	(ファミリーなし)	
JP 2011-246750 A	08.12.2011	(ファミリーなし)	
JP 5-9580 A	19.01.1993	US 5330586 A 全文	
JP 7-76733 A	20.03.1995	(ファミリーなし)	
WO 2015/199211 A1	30.12.2015	US 2017/0098498 A1 全文 EP 3162907 A1 KR 10-2017-0002536 A CN 106460122 A	
JP 2013-139629 A	18.07.2013	(ファミリーなし)	
JP 11-264019 A	28.09.1999	(ファミリーなし)	
JP 8-143970 A	04.06.1996	(ファミリーなし)	
WO 2020/149347 A1	23.07.2020	EP 3913108 A1 全文 CN 113302336 A KR 10-2021-0111279 A	