

(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
2020年4月30日(30.04.2020)



(10) 国際公開番号

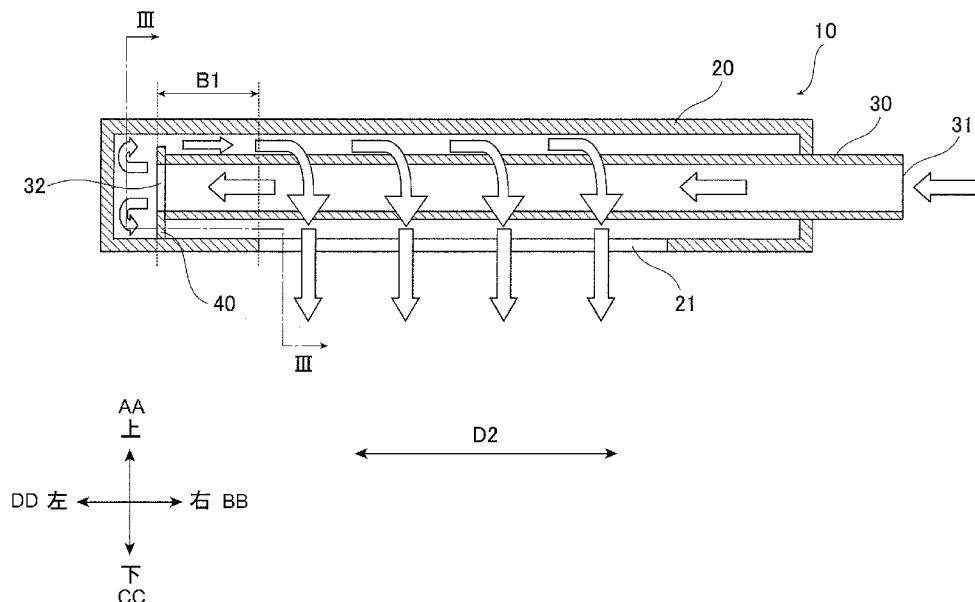
WO 2020/084873 A1

- (51) 国際特許分類:
C23C 10/08 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2019/031839
- (22) 国際出願日: 2019年8月13日(13.08.2019)
- (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 2018-201623 2018年10月26日(26.10.2018) 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: 戸部 輝彦(TOBE Teruhiko); 〒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). 土居 崇(DOI Takashi); 〒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). 小関 新司(KOSEKI Shinji); 〒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: 熊坂 晃, 外(KUMASAKA Akira et al.); 〒1000004 東京都千代田区大手町二丁目7番1号 J F E テクノリサーチ株式会社知的財産事業部内 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,

(54) Title: SLIT NOZZLE AND HIGH SILICON STEEL STRIP MANUFACTURING METHOD

(54) 発明の名称: スリットノズル及び高珪素鋼帯の製造方法

[図2]



AA... UP
BB... RIGHT
CC... DOWN
DD... LEFT

(57) Abstract: The purpose of the present invention is to provide a slit nozzle having a double tube structure with which it is possible to suppress variation in the flow rate of gas blown out in the axial direction. Another purpose of the present invention is to provide a method which makes it possible to stably manufacture a high silicon steel strip that has low variation in Si concentration in the plate width direction. This slit nozzle 10 has a double tube structure and comprises, in a space between an open end of the inner tube 30 and an end of a discharge port 21 on the open end side, a flow regulating plate 40 which blocks a space between the inner tube 30 and an outer tube 20. In the surface of the slit nozzle where the

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, IR, IS, 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, 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, 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))

flow regulating plate 40 is provided, an opening 41 is provided only in a region of the flow regulating plate 40 where a center angle from a reference line L1 passing through the axial center of the outer tube 20 and the center in the width direction of the discharge port 21 is 27.5° to 332.5°.

(57) 要約: 軸方向における吹き出されるガス流量のばらつきを抑えることができる二重管構造を有するスリットノズルを提供することを目的とする。また、板幅方向における Si 濃度のばらつきの小さい高珪素鋼帯を安定して製造できる方法を提供することを目的とする。本発明のスリットノズル 10 は、二重管構造を有し、内管 30 の開放端から、開放端側の吐出口 21 の端部までの間に、内管 30 と外管 20 との間を塞ぐ整流板 40 を備え、整流板 40 が設けられた面において、外管 20 の軸中心と吐出口 21 の幅方向の中心を通る基準線 L1 からの中心角が 27.5° 以上 332.5° 以下となる整流板 40 の領域のみに、開口部 41 が設けられている。

明 細 書

発明の名称：スリットノズル及び高珪素鋼帯の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、スリットノズル及び高珪素鋼帯の製造方法に関する。より詳細には、本発明は、軸方向における吹き出されるガス流量のばらつきを抑えることができる二重管構造を有するスリットノズル、及び当該スリットノズルを用いた高珪素鋼帯の製造方法に関する。

背景技術

[0002] Si含有量が4質量%以上の高珪素鋼帯を工業的に製造する方法として、浸珪処理法が知られている。この製造方法は、Si濃度が4質量%未満の薄鋼帯に、高温下で四塩化ケイ素（ SiCl_4 ）を含む処理ガスを吹き付けてSiを鋼帯に浸透させるとともに、熱処理することで鋼帯表面に浸透したSiを板厚方向に拡散させ、高珪素鋼帯を連続的に製造する方法である。

[0003] 処理ガスを吹き付ける方法としては、浸珪処理炉内において、処理ガスの吐出口（スリット）を有するスリットノズルを、鋼帯の表面側及び裏面側のそれぞれに配置し、ガスの吐出口から鋼帯に処理ガスが吹き付けられる方法が知られている（例えば、特許文献1参照）。

[0004] また、スリットノズル10としては、図10に断面図を示すように、処理ガスの吐出口（スリット）21を有する外管20と、一端側から処理ガスが供給され他端側が外管20内部で開放された内管30との二重管構造を有するノズルが知られている（例えば、特許文献2参照）。

[0005] 図10に示すように、このようなスリットノズル10を用いて、鋼帯に処理ガスを吹き付ける場合、処理ガスの流量は、ガスの供給口31側から離れるほど多くなる。そのため、この方法ではスリットノズルから吹き出される処理ガスの流量のばらつきに起因して、鋼帯の、板幅方向におけるSi濃度が不均一になる。これにより格子定数差による板形状不良や磁気特性のむらを生じるという問題があった。

[0006] このような問題を解決するため、図 11 に示すように、鋼帯 11 に対し、炉長方向で隣接するスリットノズル 10 に交互に異なる端部側から処理ガスを供給することで、板幅方向での Si 濃度のばらつきを抑制できる高珪素鋼帯の製造方法が知られている（例えば、特許文献 2 及び 3 参照）。

[0007] しかし、上記特許文献 2 及び 3 の製造方法でも、高珪素鋼帯の板幅方向での Si 濃度のばらつきの抑制は十分ではなかった。そのため、従来のスリットノズルよりも、軸方向における吹き出されるガス流量のばらつきを抑制できる、二重管構造を有するスリットノズルが望まれていた。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献 1：特開昭 62-227078 号公報

特許文献 2：特開平 8-176793 号公報

特許文献 3：特開平 5-9704 号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] 本発明は、上記のような事情に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、

軸方向における吹き出されるガス流量のばらつきを抑えることができる二重管構造を有するスリットノズルを提供することである。また、板幅方向における Si 濃度のばらつきの小さい高珪素鋼帯を安定して製造できる方法を提供することである。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明者らは、上記課題を解決すべく、上記問題の原因等について検討する過程において、二重管構造内の内管の開放端から処理ガスの吐出口の端部までの間に、所定の整流板を設けることによって、軸方向における吹き出されるガス流量のばらつきを抑えることができることを見だし、本発明に至った。

[0011] 上記課題を解決するための本発明の要旨は以下の通りである。

[1] 軸方向に処理ガスの吐出口が設けられ、一端が閉塞された外管と、一端側に処理ガスの供給口が設けられ、他端側が前記外管の閉塞された一端側の内部で開放された内管と、の二重管構造を有し、前記供給口から処理ガスが供給されることによって前記吐出口から処理ガスが吹き出されるスリットノズルであって、

前記内管の開放端から、当該開放端側の前記吐出口の端部までの間に、前記内管と前記外管との間を塞ぐ整流板を備え、

前記整流板が設けられた面において、前記外管の軸中心と前記吐出口の幅方向の中心を通る基準線からの中心角が 27.5° 以上 332.5° 以下となる前記整流板の領域のみに、開口部が設けられている、スリットノズル。

[2] 前記整流板が、前記内管の開放端面に設けられている、[1]に記載のスリットノズル。

[3] 前記整流板が設けられた面において、前記開口部が、前記基準線に対して左右対称である、[1]又は[2]に記載のスリットノズル。

[4] [1]から[3]のいずれかに記載のスリットノズルを用いた浸珪処理法による高珪素鋼帯の製造方法であって、

前記スリットノズルの複数を、浸珪処理炉内の鋼帯の通板方向に、当該通板方向に隣接するスリットノズル又はスリットノズル群ごとに、前記スリットノズルの処理ガスの供給口が交互に異なる方向となるように配置し、

四塩化ケイ素(SiCl_4)を含む処理ガスを、前記処理ガスの供給口から前記スリットノズル内に供給し、前記スリットノズルの処理ガスの吐出口から、通板する鋼帯に前記処理ガスを吹き付ける工程を有する、高珪素鋼帯の製造方法。

発明の効果

[0012] 本発明によれば、二重管構造を有するスリットノズルにおいて、軸方向における吹き出されるガス流量のばらつきを抑えることができる。また、当該スリットノズルを用いて、板幅方向の Si 濃度のばらつきの小さい高珪素鋼

帯を安定して製造することができる。

図面の簡単な説明

- [0013] [図1]図1は、浸珪処理炉内でのスリットノズルと鋼帯を示す斜視図である。
- [図2]図2は、本発明のスリットノズルの一例を示す断面図である。
- [図3]図3は、整流板の一例を示す図2のIII-III線における断面図である。
- [図4]図4は、基準線からの中心角が 27.5° 以上 332.5° 以下となる整流板の領域を説明するための断面図である。
- [図5]図5は、高珪素鋼帯の連続製造ラインの一例を示す概略図である。
- [図6]図6は、スリットノズルの処理ガスの供給口を交互に異なる方向になるように配置した場合の模式図である。
- [図7]図7は、実施例1の評価結果を示すグラフである。
- [図8]図8は、実施例2の評価結果を示すグラフである。
- [図9]図9は、実施例3の評価結果を示すグラフである。
- [図10]図10は、従来例のスリットノズルを示す断面図である。
- [図11]図11は、従来例における、スリットノズルの処理ガスの供給口を交互に異なる方向になるように配置した場合の模式図である。

発明を実施するための形態

- [0014] 以下、図面を参照しながら、本発明の好ましい実施形態について説明する。ただし、発明の範囲は図示例に限定されない。また、図面中には、スリットノズル内を流れる処理ガスや、スリットノズルへ供給する処理ガスの流れの向きを矢印で示している。
- [0015] 本発明は、内管と外管の二重管構造を有し、吐出口から処理ガスが吹き出されるスリットノズルである。なお、以下の実施形態の説明では、スリットノズルを用いて鋼帯にSiを浸珪する浸珪処理を行う例を挙げて説明するが、これに限られるものではなく、本発明の効果が得られれば、他の用途にも適用可能である。例えば、スリットノズルは、鋼板へTiN等のセラミック被膜を形成する際に用いてもよく、鋼以外にもアルミ板や銅板等へ各種化学蒸着処理をする際に用いることもできる。

- [0016] スリットノズル 10 を用いた浸珪処理は、浸珪処理炉内において、処理ガスの吐出口（スリット） 21 を有するスリットノズル 10 を鋼帯 11 の表面側及び裏面側のそれぞれに配置し、スリットノズル 10 の吐出口 21 から、鋼帯 11 に高温下で四塩化ケイ素（ SiCl_4 ）を含む処理ガスを吹き付けて Si を鋼帯に浸透させる（図 1 参照）。また、熱処理することで鋼帯表面に浸透した Si を板厚方向に拡散させ、高珪素鋼帯を連続的に製造する。
- [0017] 図 2 に、図 1 のスリットノズル 10 の断面図を示す。図 2 のスリットノズル 10 は、本発明のスリットノズルの一例を示す断面図であり、外管 20 と、内管 30 との二重管構造を有している。また、スリットノズル 10 の内部には、スリットノズル 10 内の処理ガスの流れを調整する整流板 40 が設けられている。
- [0018] 外管 20 には、軸方向 D2 に処理ガスの吐出口（スリット） 21 が設けられている。また、外管 20 の一端（図 2 の左側の端部）は閉塞されている。また、図 2 に示した例では、外管 20 の他端（図 2 の右側の端部）は、内管 30 を内部に配置できるように内管 30 の外径に合った穴が開いており、その他の部分は閉塞されているが、外管 20 の他端（図 2 の右側の端部）は必ずしも閉塞されていなくともよい。
- [0019] 内管 30 は、外管 20 の内部に設けられている。また、内管 30 は、一端側（図 2 の右側）に処理ガスの供給口 31 が設けられており、他端側（図 2 の左側）が外管 20 の閉塞された一端側の内部で開放されている。
- [0020] また、図 2 に示すように、スリットノズル 10 の供給口 31 から処理ガスが吹き込まれると、処理ガスは内管 30 の内部を通過して、内管 30 の開放端 32 から外管 20 の閉塞された一端側の内部に向かって吹き出される。次に、処理ガスは、外管 20 の内部で折り返して、外管 20 と内管 30 との間の空隙部を流れ、最終的に外管 20 に設けられた吐出口 21 から吹き出される。
- [0021] 整流板 40 は、図 2 に示す例では、内管 30 の開放端面に設けられており、内管 30 と外管 20 との間を塞いでいる。なお、整流板 40 を設ける位置

はこれに限られず、開放端 32 から当該開放端 32 側の吐出口 21 の端部までの間 B1 に設けられていればよい（図 2 参照）。ただし、製造効率の観点から、上述した内管 30 の開放端面に設けられていることが好ましい。

[0022] また、図 3 は、図 2 の III-III 線の断面図であり、整流板 40 が設けられた面を示している。また、吐出口 21 を整流板 40 が設けられた面に投影して記載している。図 3 に示すように、整流板 40 には、整流板 40 が設けられた面において、外管 20 の軸中心 C1 と吐出口 21 の幅方向の中心を通る線（以下、単に基準線 L_0 という。）からの中心角が 27.5° 以上 332.5° 以下となる整流板 40 の領域のみに、開口部 41 が設けられている。

[0023] また、外管 20 の軸方向 D2 に垂直な方向の幅 W2（図 3 参照）は、本発明の効果を有効に得る観点から、5 mm 以上 20 mm 以下であることが好ましい。また、この幅 W2 は、本発明の効果を有効に得る観点から、外管 20 の外径の 15% 以下であることが好ましい。

[0024] なお、基準線 L_0 からの中心角が 27.5° 以上 332.5° 以下の整流板 40 の領域は、図 4 において一点鎖線 L_2 で囲んだ部分である。

[0025] また、図 3 及び図 4 には、基準線 L_0 からの中心角が 27.5° となる位置の線 $L_{27.5}$ と、基準線 L_0 からの中心角が 332.5° の位置となる線 $L_{332.5}$ を、それぞれ点線で示している。

[0026] 次に、整流板 40 によって調整される、スリットノズル 10 内の処理ガスの流れについて説明する。

[0027] 上述したとおり、基準線 L_0 からの中心角が 27.5° 以上 332.5° 以下となる整流板 40 の領域のみに、開口部 41 が設けられている。つまり、基準線 L_0 からの中心角が 0° 以上 27.5° より小さい領域と、基準線 L_0 からの中心角が 332.5° より大きく 360° より小さい領域は、整流板 40 で完全に塞がれている。これにより、内管 30 の開放端 32 から外管 20 の内部に吹き出された処理ガスが、外管 20 内部で折り返されて、吐出口 21 に向かって流れていく際に、本来であれば当該整流板 40 の位置を通過しようとした処理ガスが、整流板 40 に当たって流速が低下する。したがっ

て、従来のスリットノズル 10 において、処理ガスの吹き出し量を不均一にさせていた原因である、内管 30 の下部から処理ガスの吐出口 21 に向かって流れる処理ガス（図 10 の矢印 G1 で示す処理ガス）の流速を低下させることができる。これにより、吐出口 21 から吹き出されるガス流量の軸方向 D2 におけるばらつきを抑えることができたと考えられる。

[0028] また、図 3 に示した例では、整流板 40 には、3 つの開口部 41 が設けられている。なお、開口部 41 の数は変更可能であり、例えば、1 つ又は 2 つでもよく、4 つ以上であってもよい。

[0029] 開口部 41 は、整流板 40 が設けられた面において、基準線 L_0 に対して左右対称であることが好ましい。これにより、軸方向 D2 における吹き出されるガス流量のばらつきをより抑えることができる。

[0030] また、開口部 41 の面積比率 R を下記式のとおり定義したとき、本発明の効果を有効に得つつ、整流板 40 の強度も得る観点から、面積比率 R は 55 % 以上 75 % 以下であることが好ましい。

[0031] 面積比率 $R = \text{開口部の面積} / \text{基準線 } L_0 \text{ からの中心角が } 27.5^\circ \text{ 以上 } 332.5^\circ \text{ 以下の整流板 40 の領域の面積}$ （図 4 で一点鎖線 L_2 で囲んだ部分の面積）

次に、本発明の高珪素鋼帯（Si 含有量が 4 質量% 以上の鋼帯）の製造方法について説明する。本発明の高珪素鋼帯の製造方法は、本発明のスリットノズル 10 を用いた浸珪処理法によって行う。

[0032] 図 5 に、浸珪処理法による高珪素鋼帯の連続製造ラインの一例を示す。この製造ラインでは、ペイオフリール 101 から繰り出された鋼帯 11（例えば、3 質量% Si 鋼帯）が、クリーニング設備 102 を経て、非酸化性雰囲気加熱帯 103 で浸珪処理温度又はその近傍温度まで加熱された後、浸珪処理炉 104 に導入される。

[0033] 浸珪処理炉 104 内には、炉長方向（通板方向 D1）に間隔をおいて複数の本発明のスリットノズル 10 が配置されている。浸珪処理炉 104 内において、スリットノズル 10 から反応ガスである四塩化ケイ素（ SiCl_4 ）を

含む処理ガスが鋼帯 11 の両面に吹き付けられる。吹き付けられた SiCl_4 が鋼帯 11 の Fe と反応することにより、鋼帯 11 の表層に Si が富化される。

[0034] 次いで、鋼帯 11 は、拡散均熱帯 105 に導かれ、 SiCl_4 を含まない非酸化性雰囲気中で Si を板厚方向に拡散させる拡散熱処理が施される。冷却帯 106 で冷却された後、絶縁皮膜コート 107 及びオープン 108 で絶縁皮膜コーティングされ、製品鋼帯（例えば、 Si 含有量が 6.5 質量%の高珪素鋼帯）としてテンションリール 109 に巻き取られる。

[0035] また、本発明の高珪素鋼帯の製造方法は、浸珪処理炉 104 内において、スリットノズル 10 の複数を、浸珪処理炉 104 内の鋼帯 11 の通板方向 D_1 に、当該通板方向 D_1 に隣接するスリットノズル 10 又はスリットノズル群ごとに、スリットノズル 10 の処理ガスの供給口 31 が交互に異なる方向となるように配置することが好ましい（図 6 参照）。ここで、スリットノズル群とは、2 つ以上のスリットノズル 10 から構成される群を意味する。なお、図 6 は鋼帯 11 の片面側のみ示しているが、反対側にも同様にスリットノズル 10 が設けられている。

[0036] そして、高珪素鋼帯の製造方法は、四塩化ケイ素（ SiCl_4 ）を含む処理ガスを、処理ガスの供給口 31 から上記のように配置したスリットノズル 10 内に供給し、スリットノズル 10 の吐出口 21 から、通板する鋼帯 11 に処理ガスを吹き付ける工程を有する。

[0037] なお、本発明のスリットノズル 10 は、軸方向 D_2 において、吐出口 21 から吹き出される処理ガス量の流速のばらつきが小さいので、スリットノズル 10 を処理ガスの供給口 31 が同じ方向となるように配置することも可能である。ただし、上述したように、交互に異なる方向となるように配置することで、浸珪処理炉内に配置した複数のスリットノズル 10 全体として、軸方向 D_2 （通板方向 D_1 に垂直な方向）における吹き出されるガス流量のばらつきをより抑えることができる。よって、浸珪処理法によって、板幅方向の Si 濃度のばらつきの小さい高珪素鋼帯を安定して製造することができる。

。

[0038] 以上で説明した本発明の実施形態は、全ての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。すなわち、本発明の範囲は、上記した説明ではなくて特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味及び範囲内での全ての変更が含まれることが意図される。

実施例

[0039] 以下、実施例をあげて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

[実施例 1：整流板における開口部の位置の評価]

<スリットノズル 1 の製造>

外管（内径：120mm、外径：140mm、処理ガスの吐出口：70cm（軸方向）×10mm（軸方向に垂直な方向））と、内管（内径：60mm、外径：70mm）と、後述する整流板 1 を準備した。そして、外管の軸中心と内管の軸中心とが一致するようにして、外管内部に内管を配置し、整流板 1 を内管の開放端面に設けて、図 2 に示すようなスリットノズル 1 を製造した。ここで、外管の閉塞された端部の面と内管の開放端の面との距離は 25mm となるようにした。

[0040] 整流板 1 には、後述する開口部を 3 つ設けた。また、3 つの開口部の大きさはすべて等しいものである。整流板 1 の 3 つの開口部は、それぞれ、開口部の幅 W_1 ：10mm、開口部の中心角の開度 A_1 ： 50° である（図 4 参照）。また、開口部は、整流板が設けられた面において、基準線 L_0 からの中心角の角度が、 35° 以上 85° 以下、 155° 以上 205° 以下、及び 275° 以上 325° 以下の領域に設けられている。

<スリットノズル 2～6 の製造>

整流板 1 において、開口部が設けられた領域の基準線 L_0 からの中心角の角度を、表 1 に示すように変更して、整流板 2～6 を作製した。また、整流板 1 を整流板 2～6 に変更した以外はスリットノズル 1 の製造方法と同様にし、スリットノズル 2～6 を製造した。

[0041] なお、整流板 2～6 の、開口部の幅 $W1$ 、及び開口部の中心角の開度 $A1$ は、整流板 1 と同じ条件にしている。したがって、整流板 1～6 は、それぞれ、開口部を設けた位置を変更しているのみであり、それぞれ 3 つの開口部の面積の合計は等しい。

[0042] [表1]

整流板 No.	開口部幅 $W1$ (mm)	開口部開度 $A1$ (°)	基準線 L_0 からの中心角の角度	備考
1	10	50	35° 以上 85° 以下 155° 以上 205° 以下 275° 以上 325° 以下	本発明例
2	10	50	30° 以上 80° 以下 155° 以上 205° 以下 280° 以上 330° 以下	本発明例
3	10	50	27.5° 以上 77.5° 以下 155° 以上 205° 以下 282.5° 以上 332.5° 以下	本発明例
4	10	50	25° 以上 75° 以下 155° 以上 205° 以下 285° 以上 335° 以下	比較例
5	10	50	15° 以上 65° 以下 155° 以上 205° 以下 295° 以上 345° 以下	比較例
6	10	50	7.5° 以上 57.5° 以下 155° 以上 205° 以下 302.5° 以上 352.5° 以下	比較例

[0043] また、下記式のように面積比率 R を定義したとき、本発明例の整流板 1～3 の面積比率 R は、それぞれ 62.3% であった。

[0044] 面積比率 $R = \text{開口部の面積} / \text{基準線 } L_0 \text{ からの中心角が } 27.5^\circ \text{ 以上 } 332.5^\circ \text{ 以下の整流板の領域の面積}$ (図 4 で一点鎖線 L_2 で囲んだ部分の面積)

<吹き出され処理ガスの流速の測定と評価>

スリットノズル 1～6 に対し、供給口から 2.3 m/sec で処理ガスを供給し、処理ガスの吐出口から吹き出される処理ガスの流速を測定した。処理ガスの流速の測定には、処理ガスとして、窒素を用いた。

[0045] 図 7 に、測定結果である、軸方向位置 (cm) と、処理ガスの流速 (m/sec) との関係を示すグラフを示す。ここで、横軸の軸方向位置 (cm) は、0 cm が吐出口の端部のうち処理ガスの供給口側の端部に相当する。また

、70cmが、吐出口の端部のうち内管の開放端側の端部に相当する。

[0046] 図7に示したグラフの結果より、基準線 L_0 からの中心角が 27.5° 以上 332.5° 以下の整流板40の領域のみに開口部が設けられているスリットノズル1～3では、軸方向位置0～70cmにおいて、処理ガスの流速を $2.28 \sim 2.32 \text{ m/sec}$ の範囲に収めることができた。したがって、スリットノズル1～3では、吐出口から吹き出されるガス流量の軸方向D2におけるばらつきを抑えることができることが分かった。

[実施例2：交互にスリットノズルを配置したときの処理ガスの流速評価]

実施例1のスリットノズル3（本発明例）を、鋼帯に対して、処理ガスの供給口が交互に異なる方向（反対側となる方向）となるように2つ配置した。ここで、2つのスリットノズル1の吐出口（スリット）の位置が、鋼帯の通板方向に一致するように配置した。

[0047] また、2つ配置したスリットノズルにおいて、一方のガスノズルは処理ガスを流速 1.5 m/sec 、もう一方は流速 3.0 m/sec で、処理ガスの供給口から処理ガスを供給し、処理ガスの吐出口から吹き出される処理ガスの流速を測定した。流速評価での処理ガスとしては、窒素を用いた。また、2つのスリットノズルの軸方向位置での流速をそれぞれ測定し、同じ軸方向位置での流速の和を軸方向位置での処理ガスの流速とした。

[0048] また、比較例（従来例）として、整流板を設けなかったスリットノズル7を2つ準備した。そして、スリットノズル3（本発明例）をスリットノズル7に変更した以外は同様にして、2つのスリットノズル1の吐出口（スリット）の位置が、鋼帯の通板方向に一致するように配置した。そして、本発明例と同様に処理ガスをスリットノズル7内に供給し、本発明例と同様に、処理ガスの吐出口から吹き出される処理ガスの流速を測定した。

[0049] 図8に、本発明例のスリットノズル3と比較例スリットノズル7を用いた際の処理ガスの流速の測定結果のグラフを示す。図8に示すグラフは、軸方向位置と、処理ガスの流速との関係を示している。

[0050] ここで、図8に示す横軸の軸方向位置（cm）は、0cmが処理ガスを流速 1.5 m/sec で供給したスリットノズルにおける、吐出口の端部のうち処理ガスの供給口側の端部に相当する。また、70cmが、当該スリットノズルにおける、吐出口の端部のうち内管の開放端側の端部に相当する。

[0051] 図8に示したように、比較例のスリットノズルを用いた場合は、軸方向において、処理ガスの流速のばらつき（最大値－最小値）が 0.42 m/sec であった。これに対し、本発明例のスリットノズルを用いた場合は、軸方向において、処理ガスの流速のばらつき（最大値－最小値）を 0.17 m/sec に抑えることができた。

[実施例3：高珪素鋼帯の製造評価]

珪素鋼帯（板厚： $100\mu\text{m}$ 、板幅： 600 mm 、Si濃度： $3.4\text{ 質量\%}$ 、ヤング率： 210 GPa （常温））を準備し、図5に示した連続製造ラインによって、珪素量が $6.5\text{ 質量\%}$ の高珪素鋼帯を製造した。

[0052] 本発明例の高珪素鋼帯の製造では、図5に示した連続製造ラインのうち、浸珪処理炉内において、実施例1のスリットノズル3（本発明例）を、鋼帯に対して、処理ガスの供給口が交互に異なる方向（反対側となる方向）となるように、鋼帯の表面及び裏面に2つずつ配置した。また、実施例2と同様に、通板方向に2つ配置したスリットノズルにおいて、一方のガスノズルは処理ガスを流速 1.5 m/sec 、もう一方は流速 3.0 m/sec で、処理ガスの供給口から処理ガス（四塩化ケイ素を含む処理ガス）を供給した。

[0053] また、比較例の高珪素鋼帯の製造では、スリットノズル3をスリットノズル7に変更して、その他は本発明例と同様にした。

[0054] 製造した高珪素鋼帯について、板幅方向における表層Si濃度偏差（質量%）を測定した結果を図9に示す。ここで、表層Si濃度偏差（質量%）は、板幅方向の中央の位置を基準（0質量%）として、基準の位置のSi濃度に対する濃度差を表層Si濃度偏差（質量%）として示している。表層Si濃度は、蛍光X線分析によって測定した。

[0055] 図9の結果からわかるとおり、比較例のスリットノズルを用いた場合は、

表層 S i 濃度偏差（質量％）のばらつき（最大値－最小値）は 0.55 質量％であった。これに対し、本発明例のスリットノズルを用いた場合は、表層 S i 濃度偏差（質量％）のばらつき（最大値－最小値）を 0.10 質量％に抑えることができた。

[0056] 以上の実施例の結果より、本発明によれば、軸方向における吹き出されるガス流量のばらつきを抑えることができる二重管構造を有するスリットノズルを提供できることが分かった。また、本発明のスリットノズルを用いて板幅方向の S i 濃度のばらつきの小さい高珪素鋼帯を安定して製造できることがわかった。

符号の説明

- [0057]
- | | |
|-----|----------|
| 10 | スリットノズル |
| 11 | 鋼帯 |
| 20 | 外管 |
| 21 | 吐出口 |
| 30 | 内管 |
| 31 | 供給口 |
| 32 | 開放端 |
| 40 | 整流板 |
| 41 | 開口部 |
| 101 | ペイオフリール |
| 102 | クリーニング設備 |
| 103 | 加熱帯 |
| 104 | 浸珪処理炉 |
| 105 | 拡散均熱帯 |
| 106 | 冷却帯 |
| 107 | 絶縁皮膜コータ |
| 108 | オーブン |
| 109 | テンションリール |

D 1 通板方向

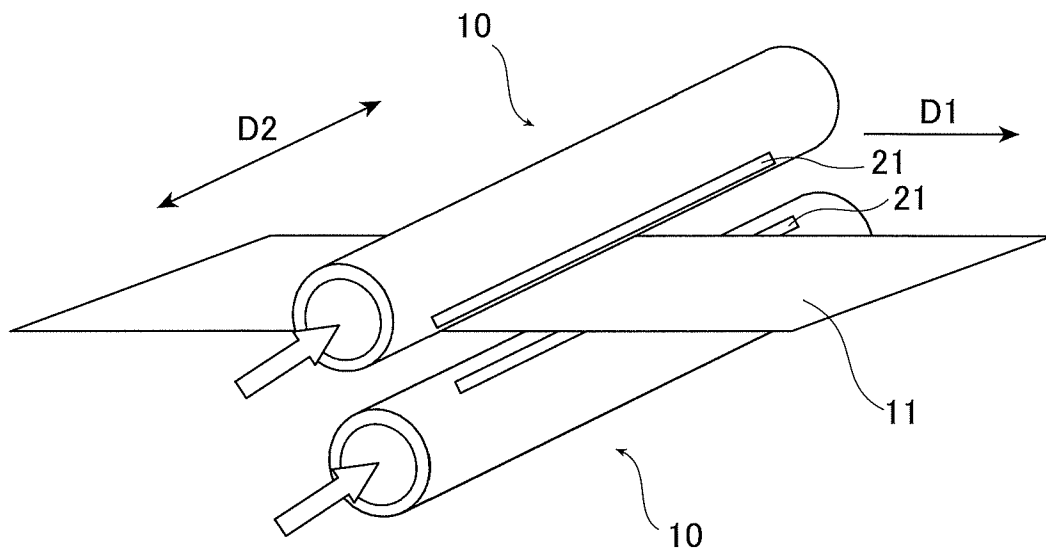
D 2 軸方向

L₀ 基準線

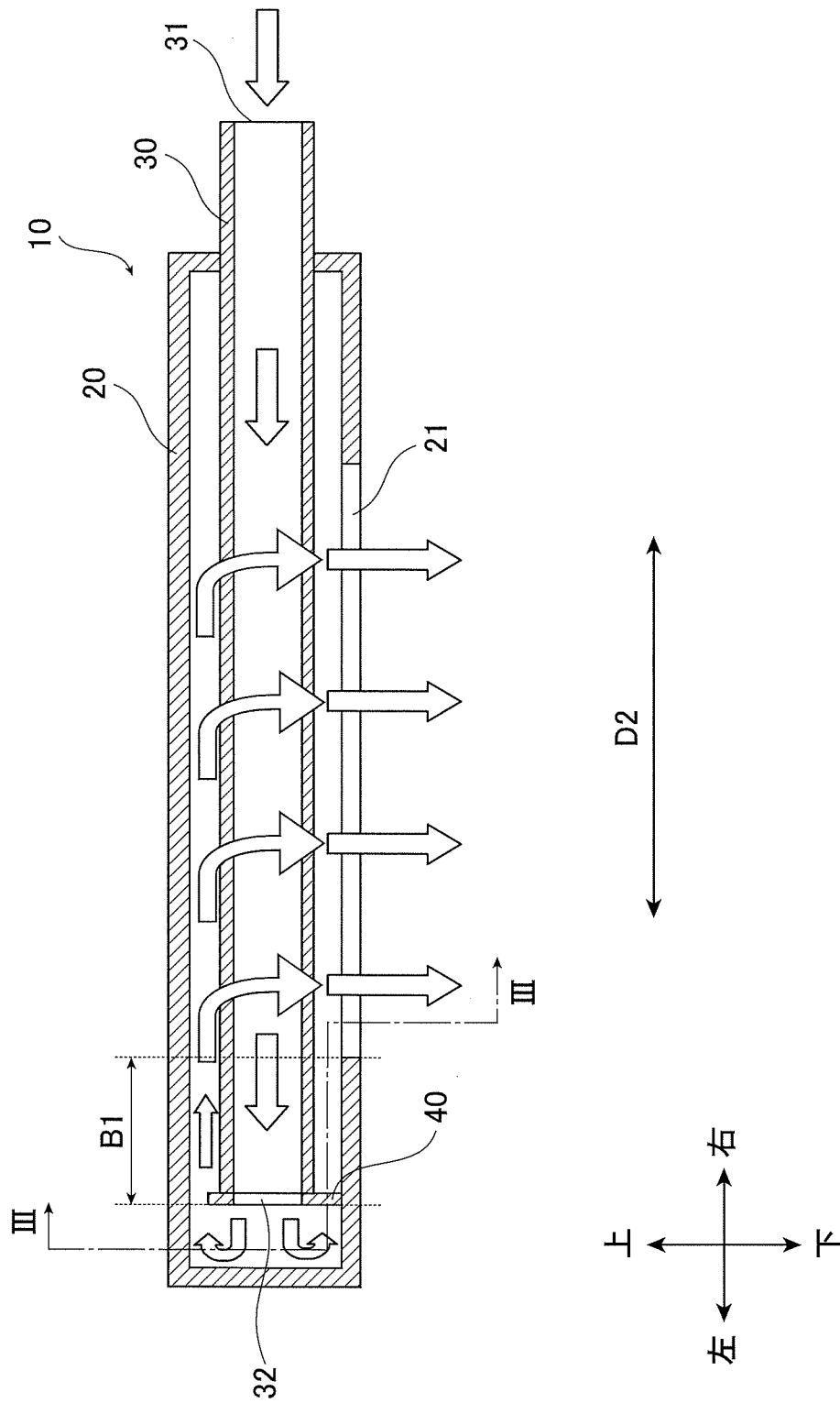
請求の範囲

- [請求項1] 軸方向に処理ガスの吐出口が設けられ、一端が閉塞された外管と、一端側に処理ガスの供給口が設けられ、他端側が前記外管の閉塞された一端側の内部で開放された内管と、の二重管構造を有し、前記供給口から処理ガスが供給されることによって前記吐出口から処理ガスが吹き出されるスリットノズルであって、
- 前記内管の開放端から、当該開放端側の前記吐出口の端部までの間に、前記内管と前記外管との間を塞ぐ整流板を備え、
- 前記整流板が設けられた面において、前記外管の軸中心と前記吐出口の幅方向の中心を通る基準線からの中心角が 27.5° 以上 332.5° 以下となる前記整流板の領域のみに、開口部が設けられている、スリットノズル。
- [請求項2] 前記整流板が、前記内管の開放端面に設けられている、請求項1に記載のスリットノズル。
- [請求項3] 前記整流板が設けられた面において、前記開口部が、前記基準線に対して左右対称である、請求項1又は2に記載のスリットノズル。
- [請求項4] 請求項1から3のいずれかに記載のスリットノズルを用いた浸珪処理法による高珪素鋼帯の製造方法であって、
- 前記スリットノズルの複数を、浸珪処理炉内の鋼帯の通板方向に、当該通板方向に隣接するスリットノズル又はスリットノズル群ごとに、前記スリットノズルの処理ガスの供給口が交互に異なる方向となるように配置し、
- 四塩化ケイ素 (SiCl_4) を含む処理ガスを、前記処理ガスの供給口から前記スリットノズル内に供給し、前記スリットノズルの処理ガスの吐出口から、通板する鋼帯に前記処理ガスを吹き付ける工程を有する、高珪素鋼帯の製造方法。

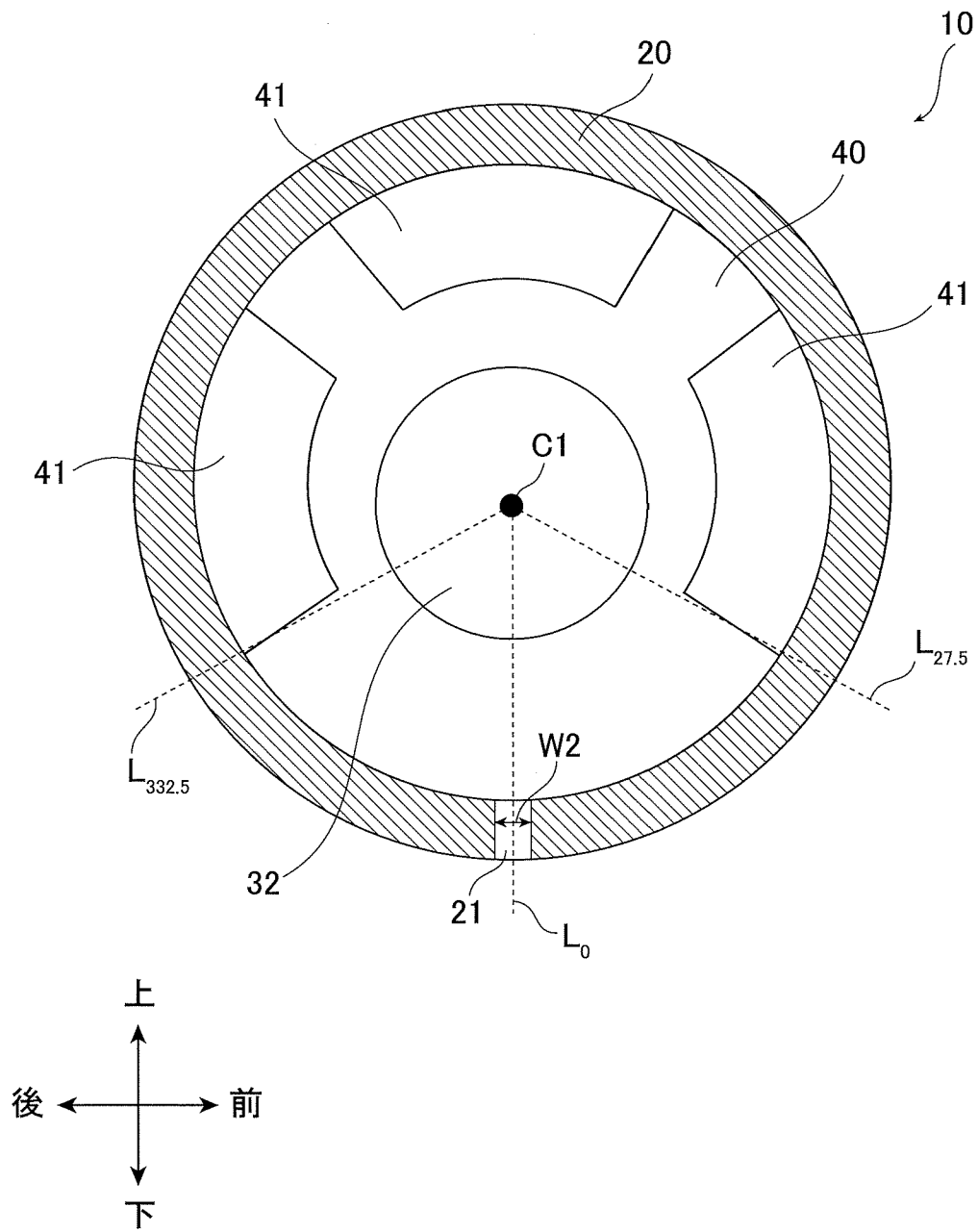
[図1]



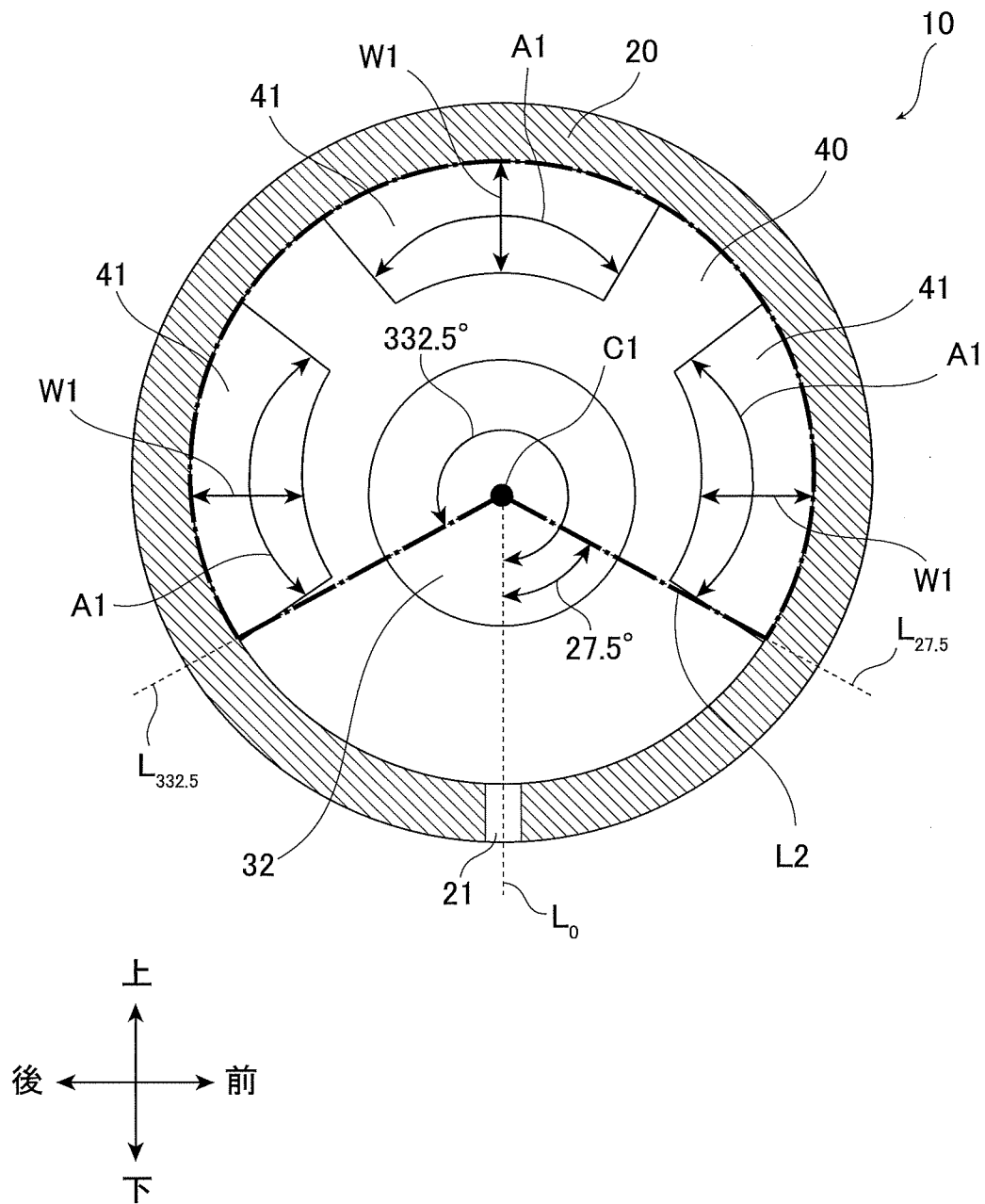
[図2]



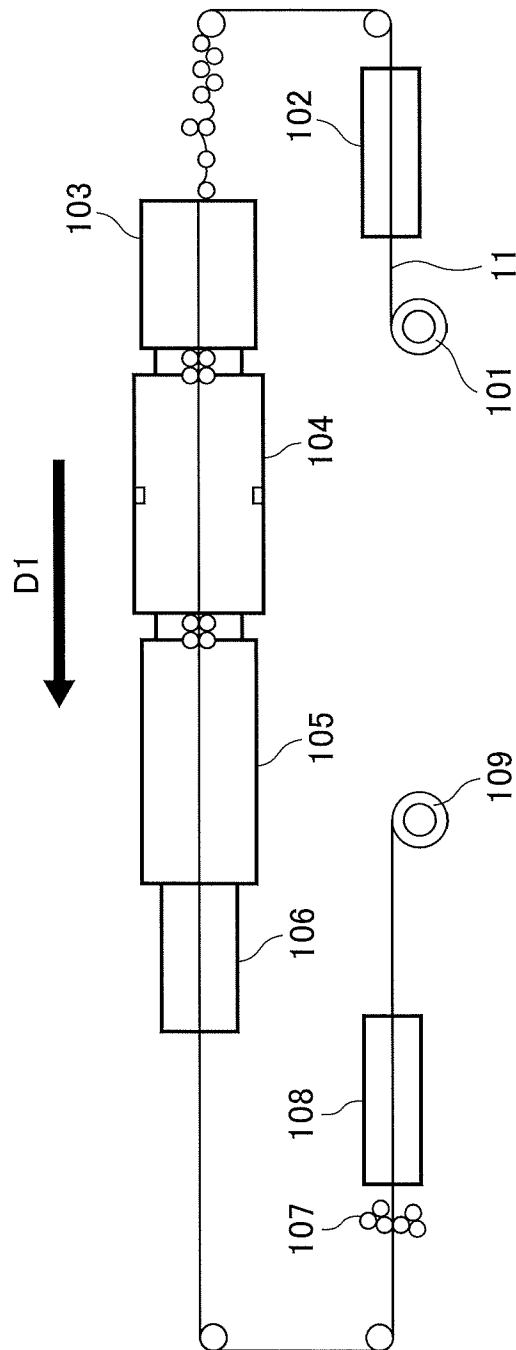
[図3]



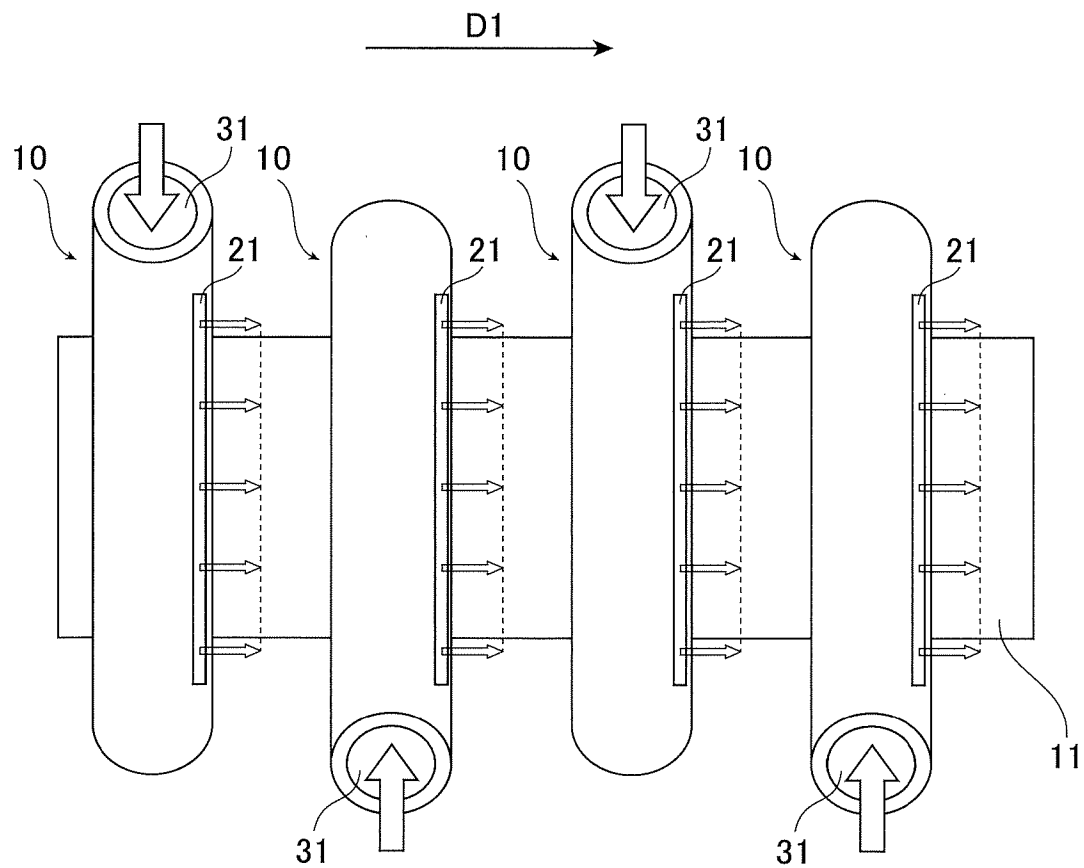
[図4]



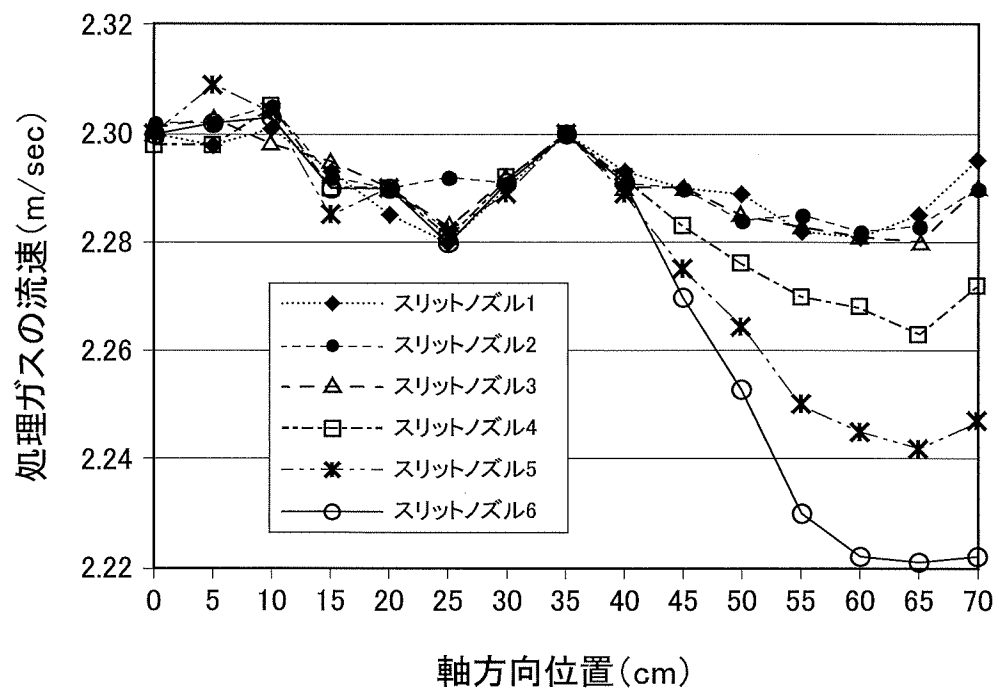
【図5】



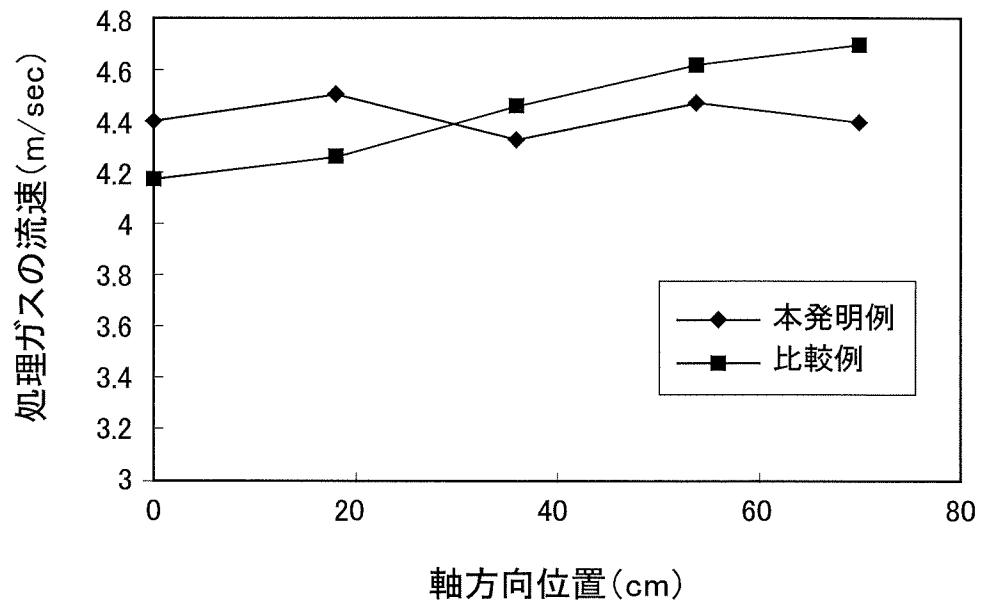
[図6]



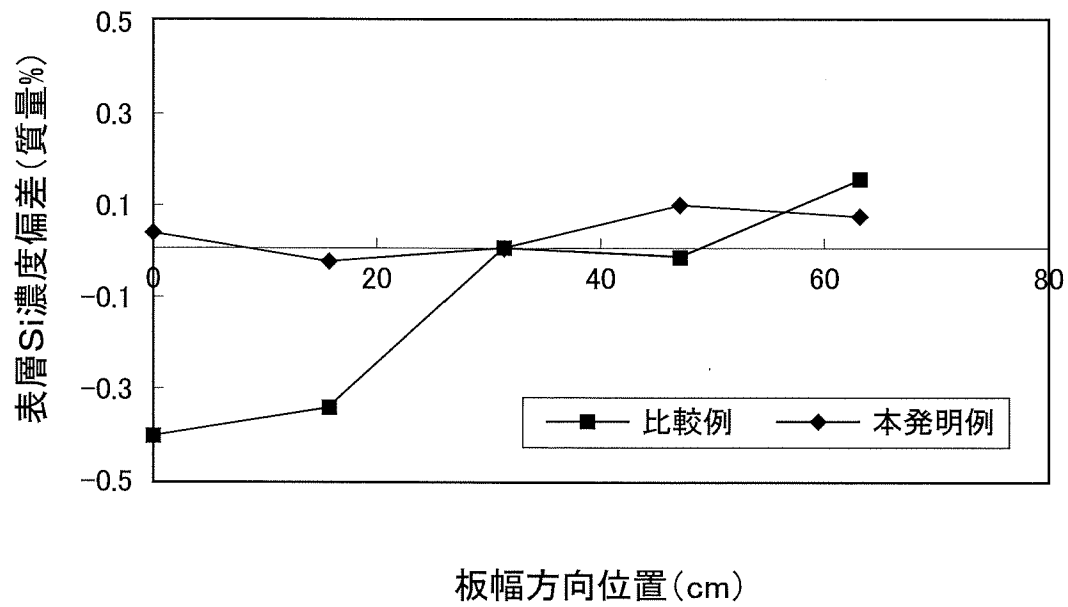
[図7]



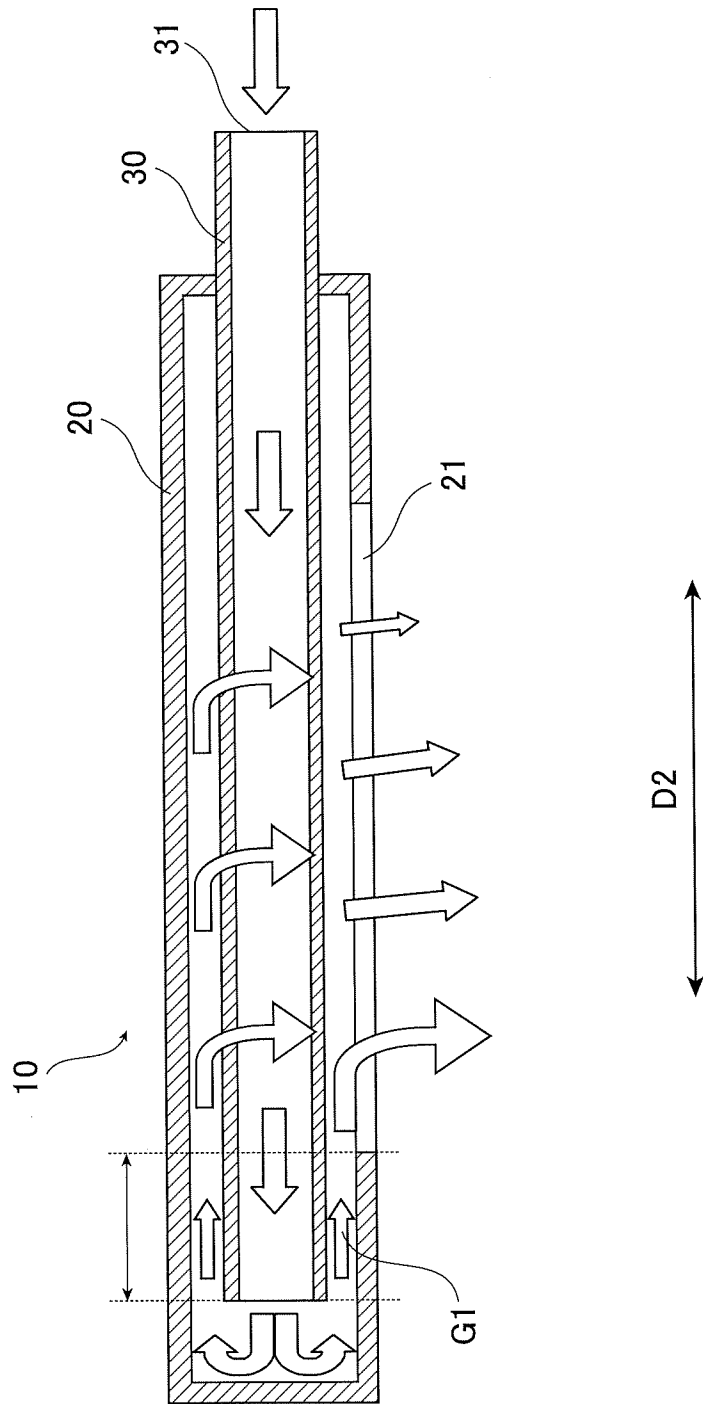
[図8]



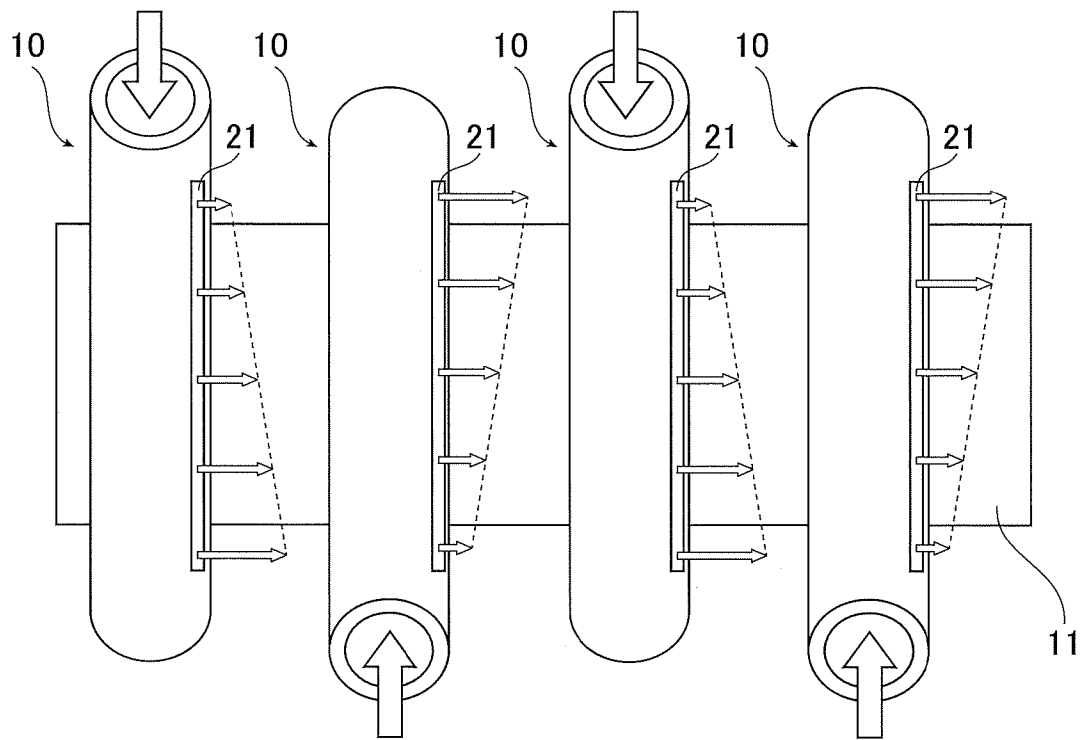
[図9]



[図10]



[図11]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2019/031839

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int. Cl. C23C10/08 (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)

Int. Cl. C23C10/08

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 1971-2019

Registered utility model specifications of Japan 1996-2019

Published registered utility model applications of Japan 1994-2019

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.
X	JP 2015-124428 A (JFE STEEL CORP.) 06 July 2015, claims, paragraph [0031], fig. 5, 9 (Family: none)	1-4
A	JP 8-176793 A (NKK CORP.) 09 July 1996 (Family: none)	1-4

☐ 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
20.09.2019

Date of mailing of the international search report
08.10.2019

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

Authorized officer

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. C23C10/08(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. C23C10/08

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	1971-2019年
日本国実用新案登録公報	1996-2019年
日本国登録実用新案公報	1994-2019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
X	JP 2015-124428 A（J F E スチール株式会社）2015.07.06, 特許請求の範囲, [0031], 図 5, 9（ファミリーなし）	1-4
A	JP 8-176793 A（日本鋼管株式会社）1996.07.09,（ファミリーなし）	1-4

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	「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
「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	「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
「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）	「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
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」 同一パテントファミリー文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日

20.09.2019

国際調査報告の発送日

08.10.2019

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）

坂本 薫昭

4 E

9265

電話番号 03-3581-1101 内線 3425