

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4635457号  
(P4635457)

(45) 発行日 平成23年2月23日 (2011.2.23)

(24) 登録日 平成22年12月3日 (2010.12.3)

(51) Int. Cl.

F I

**C 2 3 C** 22/00 (2006.01)  
**C 2 3 C** 28/00 (2006.01)  
**C 2 5 D** 11/36 (2006.01)  
**H O 1 F** 1/16 (2006.01)

C 2 3 C 22/00 B  
 C 2 3 C 28/00 C  
 C 2 5 D 11/36 A  
 H O 1 F 1/16 B

請求項の数 4 (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2004-54859 (P2004-54859)  
 (22) 出願日 平成16年2月27日 (2004.2.27)  
 (65) 公開番号 特開2005-240157 (P2005-240157A)  
 (43) 公開日 平成17年9月8日 (2005.9.8)  
 審査請求日 平成18年10月26日 (2006.10.26)

前置審査

(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  
 (74) 代理人 100080159  
 弁理士 渡辺 望穂  
 (74) 代理人 100090217  
 弁理士 三和 晴子  
 (74) 代理人 100108176  
 弁理士 白木 大太郎  
 (72) 発明者 新垣 之啓  
 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  
 (72) 発明者 渡辺 誠  
 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

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 クロムを含まず耐吸湿性に優れたリン酸塩系絶縁被膜を有する方向性電磁鋼板およびクロムを含まず耐吸湿性に優れたリン酸塩系絶縁被膜の被成方法。

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

方向性電磁鋼板表面に地鉄を露出させ、しかる後に表面粗さが算術平均粗さ  $R_a$   $0.1 \sim 0.4 \mu m$  であって、かつ、クロムを含まないリン酸ガラス質被膜又は  $TiN$  系若しくは  $SiN$  系被膜から選ばれた無機質被膜を形成し、該無機質被膜上にクロムを含まないリン酸塩系絶縁被膜を被成することを特徴とする方向性電磁鋼板への耐吸湿性に優れたリン酸塩系絶縁被膜の被成方法。

【請求項 2】

地鉄を露出させた際の方向性電磁鋼板表面の粗さが算術平均粗さ  $R_a$  で  $0.4 \mu m$  以下であることを特徴とする請求項 1 記載の方向性電磁鋼板への耐吸湿性に優れたリン酸塩系絶縁被膜の被成方法。

【請求項 3】

地鉄が露出した方向性電磁鋼板表面に被膜表面粗さが算術平均粗さ  $R_a$  で  $0.1 \sim 0.4 \mu m$  であって、かつ、クロムを含まないリン酸ガラス質被膜又は  $TiN$  系若しくは  $SiN$  系被膜から選ばれた無機質被膜と、それに重ねて被成されたクロムを含まないリン酸塩系絶縁被膜を有することを特徴とする耐吸湿性に優れたリン酸塩系絶縁被膜を有する方向性電磁鋼板。

【請求項 4】

地鉄が露出した方向性電磁鋼板表面の粗さが算術平均粗さ  $R_a$  で  $0.4 \mu m$  以下であることを特徴とする請求項 3 記載の耐吸湿性に優れたリン酸塩系絶縁被膜を有する方向性電磁鋼

10

20

板。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、絶縁被膜付き方向性電磁鋼板および被膜の被成方法に係り、特にクロムを含まず耐吸湿性に優れたリン酸塩系絶縁被膜を有する方向性電磁鋼板およびクロムを含まず耐吸湿性に優れたリン酸塩系絶縁被膜の被成方法に関する。

【背景技術】

【0002】

方向性電磁鋼板の表面には、絶縁性、加工性、防錆性等を付与するために被膜が施されている。一般にこの表面被膜は、最終仕上げ焼鈍時に形成されるフォスファイトを主体とする下地被膜とその上に形成されるリン酸塩系の上塗り被膜からなり、特許文献1、特許文献2等に掲示されているように、これによって鋼板に比べて低い熱膨張率を持たせて鋼板との間の熱膨張率の差により鋼板に張力を生ぜしめ、鉄損低減効果が発揮されるようになっている。

10

【0003】

一般にこれらの被膜は、リン酸アルミニウム又はリン酸マグネシウム、コロイド状シリカおよび無水クロム酸を主体とするコーティング処理液を、フォスファイト質被膜を下地被膜として有する鋼板上に塗布・乾燥焼付けすることによって鋼板上に被成される。これら処理液はクロムを必須成分として含有する。そのため近年の環境保全への関心の高まりに伴い、クロムを含有しない被膜への転換が指向されるようになっており、たとえば特許文献3～6にみられるような提案が行なわれている。

20

【0004】

一方、最終仕上げ焼鈍時に生成するフォスファイトを主体とする下地被膜を除去して平滑化された鋼板表面に張力付与被膜を形成することにより鉄損を大きく低減できることが知られており、たとえば特許文献7に記載のような提案も行なわれている。

【0005】

【特許文献1】特公昭53-28375号公報

【特許文献2】特公昭56-52117号公報

【特許文献3】特公昭57-9631号公報

30

【特許文献4】特開2000-169972号公報

【特許文献5】特開2000-169973号公報

【特許文献6】特開2000-178760号公報

【特許文献7】特公昭63-54767号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

特許文献3～6に係る発明は、クロムを含有しないリン酸塩系処理液を用いるものでありかつ、耐吸湿性や張力付与能力の向上が図られている。しかしながら、これらの提案により得られる被膜はなお、特許文献1、2により提案されている被膜に比べ、耐吸湿性、張力付与能力において劣り、そのため張力付与による鉄損改善効果が不十分であるという問題を残している。この問題は、特許文献7にみられる提案により下地被膜を除去して平滑化された鋼板表面に無機質被膜を被成しその上にリン酸塩系の張力付与被膜を被成する場合にも生ずる。

40

【0007】

本発明は上記従来技術の問題点を解決することを目的としており、クロムを含有しないリン酸塩系の処理液を用いて絶縁被膜を被成する際に生ずる耐吸湿性の問題を解決し、絶縁性や防錆性に優れた、張力付与能力にも優れたリン酸塩系絶縁被膜を有する方向性電磁鋼板およびクロムを含まず耐吸湿性に優れたリン酸塩系絶縁被膜の被成方法を提案することを目的とする。さらに本発明は、上記クロムを含まず耐吸湿性に優れたリン酸塩系絶

50

縁被膜の被成方法を、フォルステライトを主体とする下地被膜を除去して平滑化された鋼板表面に適用して鉄損値が低い方向性電磁鋼板を製造する方法を提案するものである。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明に係る方向性電磁鋼板への耐吸湿性に優れたリン酸塩系絶縁被膜の被成方法は、方向性電磁鋼板表面に地鉄を露出させ、しかる後に表面粗さが算術平均粗さ  $R_a$  で  $0.1 \sim 0.4 \mu m$  であって、かつ、クロムを含まないリン酸ガラス質被膜又は  $TiN$  系若しくは  $SiN$  系被膜から選ばれた無機質被膜を形成し、該無機質被膜上にクロムを含まないリン酸塩系絶縁被膜を被成することを特徴とする方向性電磁鋼板への耐吸湿性に優れたリン酸塩系絶縁被膜を被成するものである。上記発明において、地鉄が露出した方向性電磁鋼板表面の粗さは算術平均粗さ  $R_a$  で  $0.4 \mu m$  以下であることとするのが好ましい。

10

【0009】

また、本発明の耐吸湿性に優れたリン酸塩系絶縁被膜を有する方向性電磁鋼板は、地鉄が露出した方向性電磁鋼板表面に被膜表面粗さが算術平均粗さ  $R_a$  で  $0.1 \sim 0.4 \mu m$  となる無機質被膜であって、かつ、クロムを含まないリン酸ガラス質被膜又は  $TiN$  系若しくは  $SiN$  系被膜から選ばれた無機質被膜と、それに重ねてクロムを含まないリン酸塩系絶縁被膜を有するものである。上記発明において地鉄が露出した方向性電磁鋼板表面の粗さを算術平均粗さ  $R_a$  で  $0.4 \mu m$  以下であることとするのが好ましい。

【発明の効果】

20

【0010】

本発明により、クロムを含有しないリン酸塩系の処理液を用いて絶縁被膜を被成する際に生ずる耐吸湿性の問題が解決され、絶縁性や防錆性に優れた、張力付与能力にも優れたリン酸塩系絶縁被膜を有する方向性電磁鋼板が生産できるようになる。また、本提案により得られる方向性電磁鋼板は、磁気特性に優れるとともにクロムを含まないので、その取り扱いに際して環境上の問題を生ずる危険性がない。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

本発明に係る絶縁被膜の被成方法は地鉄が露出した方向性電磁鋼板に対して適用される。この方向性電磁鋼板の製造方法は、最終的に地鉄が露出したものとするのができればよく、公知の手段によればよい。一般的には、 $Si$  を  $2 \sim 4.5\%$  (質量比) 含有する通常の方

30

向性珪素鋼用素材を公知の方法で熱延し、1回もしくは中間焼鈍を挟む複数回の冷延により最終板厚に仕上げたのち、一次再結晶焼鈍を施し、最終仕上げ焼鈍することによって方向性電磁鋼板とする。

【0012】

この際、地鉄を表面に露出したものとするため、マグネシアを主成分とした焼鈍分離剤を塗布して最終焼鈍し、一旦フォルステライト被膜を形成させた後、酸洗等の手段を用いて除去する手段、または焼鈍分離剤にアルミナを用い、あるいはマグネシアを主成分とする焼鈍分離剤中に塩化物を添加して表面にフォルステライト被膜を実質的に形成させないようにする手段等を採用する。

40

【0013】

また、このようにして得られた地鉄が表面に露出した方向性電磁鋼板を平滑な表面とすれば、製品磁気特性、特に鉄損値の一層の向上効果が得られる。このような効果を得るためには、鋼板の平均表面粗度(「算術平均粗さ」ともいう)を  $R_a$  で  $0.4 \mu m$  以下にまで平滑にすることが望ましい。この平滑化手段についても特に制限はなく、例えば、機械的な研磨により平滑化を施すこと、フォルステライト被膜を酸洗で除去した後、さらに化学研磨によって平滑化すること、あるいは焼鈍分離剤を改良して最終仕上げ焼鈍段階で直接平滑な金属面を有する方向性電磁鋼板を得ることなどを自由に採用できる。

【0014】

このようにして得られた方向性電磁鋼板(望ましくはその平均表面粗度が  $R_a$  で  $0.4 \mu$

50

m以下のもの)に第1層の下地無機質被膜(以下、単に「無機質被膜」という)が被成される。この無機質被膜は張力付与被膜である上塗りのリン酸塩系被膜との密着性を高めるバインダーの機能を有し、この目的を達する限り特に組成、被成手段等を問わない。たとえば、特許文献7に記載のようにTiNあるいはSiNを主成分とする無機質被膜をイオンプレーティングによって被成すること、または特許文献3～6に記載の手段を用いてクロムを含まないリン酸ガラス質の被膜を生成させてもよい。

#### 【0015】

次いで、上記により得られた無機質被膜上に重ねてクロムを含まないリン酸塩系絶縁被膜を被成する。この際、本発明ではその被成前に無機質被膜の表面粗度をRaで $0.4\mu\text{m}$ 以下に調整する。以下の実験結果に示すように、無機質被膜の表面粗度大きいと、生成した被膜の耐吸湿性が不十分であり、被膜中に割れやふくれが存在して張力付与被膜として十分な機能を果たしえないものとなるからである。

10

#### 【0016】

図1は、方向性電磁鋼板を $300\text{mm} \times 100\text{mm}$ のサイズにせん断し、塩酸熱酸洗によってフォスファイト被膜を除去後、さらに過酸化水素水・フッ化水素混合溶液により化学研磨を施して表面粗度をRaで $0.1\mu\text{m}$ に調整した鋼板上に化学蒸着によりTiNを蒸着し、これにコーティング処理液として、リン酸アルミニウムを50部(質量比、以下同じ)コロイド状シリカ40部、ホウ酸5部、硫酸マグネシウム10部の割合で含有するコーティング剤(以下「リン酸系処理液」という)を乾燥重量で $10\text{g}/\text{m}^2$ (両面)塗布後、乾室素雰囲気で200～700の間の昇温速度を20/sとして800で2分間の焼付けを行なったときの無機質被膜の表面粗さ(Ra( $\mu\text{m}$ ))と電磁鋼板の鉄損値( $W_{17/50}$ (W/kg))およびP溶出量との関係を示すグラフである。

20

#### 【0017】

ここに素材電磁鋼板は、C:0.045%(質量比、以下単に%で示す)、Si:3.25%、Mn:0.07%、Se:0.02%を含み、残部実質的にFeよりなる珪素鋼スラブを、1380で30分間加熱後熱間圧延によって2.2mm厚とし、次いで950で1分間保持した後急冷する熱処理後、1000で1分間の中間焼鈍を挟む冷間圧延によって0.23mmの最終板厚に仕上げ、850で2分間に亘り雰囲気酸化性が0.55の脱炭焼鈍を施し、得られた脱炭焼鈍板表面に酸化マグネシウム100部(質量比、以下同じ)酸化チタン2部および硫酸ストロンチウム1部よりなる焼鈍分離剤を鋼板表面に両面で $12\text{g}/\text{m}^2$ 塗布し、二次再結晶焼鈍、純化焼鈍を行って得たものであり、P溶出量は、 $50\text{mm} \times 50\text{mm}$ の試験片3枚を100蒸留水中で5分間浸漬煮沸することによって得られるP溶出量である。なお、無機質被膜の粗度は過酸化水素水・フッ化水素混合溶液による化学研磨条件によって調整した。

30

#### 【0018】

なお、比較のためにリン酸アルミニウムを50部(質量比、以下同じ)コロイド状シリカ40部、無水クロム酸10部の割合で含有するコーティング剤(以下「クロム含有処理液」という)を準備し、上記と同様の試験を行なった。

#### 【0019】

図1から分かるように、「リン酸系処理液」により上塗り絶縁被膜を被成した鋼板では、粗度が大きい領域では十分な吸湿性と磁気特性が得られていないが、粗度がRaで $0.4\mu\text{m}$ 以下になると磁気特性、吸湿性とも改善され、クロム含有処理液によったのと同等の特性が得られるようになる。したがって、無機質被膜の粗度はRaで $0.4\mu\text{m}$ 以下にしなければならない。

40

#### 【0020】

このように、「リン酸系処理液」を用いた場合に吸湿性や磁気特性が無機質被膜の粗度の影響を受ける原因は以下のように考えられる。

(1)上記試験により得られた各種鋼板について表面のSEM観察を行なったところ、無機質被膜の粗度が、上塗り絶縁被膜により隠されているため、試験片間での粗度に大差はない。しかし、耐吸湿性の良好なものでは表面が平坦で均一であるのに対し、耐吸湿性の劣るものでは、表面にフクレやクラックが多数、発生しているのが認められる。

50

(2)このことは、「リン酸系処理液」を用いた場合、フリーのリン酸をトラップする効果有する金属硫酸塩とホウ酸の作用が、無機質被膜の粗度が高い場合に不十分になることを示している。

(3)すなわち、「リン酸系処理液」を用いた場合には、粗度が高いと液が高温で蒸発し、あるいはリン酸塩が脱水する際に激しく気泡が発生し、そのため被膜の一部にフクレが生じ、あるいは割れが発生する原因となる。

(4)また、このようなフクレ発生部分では、多くの場合、リンが強度に濃化する一方、Siの濃化量が少なくなっており、フリーのリン酸が強く濃化したものと推測される。

(5)このようなリン酸が濃化したフクレやクラックからフリーのリンが溶出し、また、クラックそれ自体も被膜自体の強度を弱めるので、張力付与効果が低下し、鉄損改善効果が得られなくなる。

(6)これに対し、粗度が小さい場合にはフクレやクラック自体の発生が抑えられ、これに起因するフリーのリン酸分の濃化が抑制され、またその溶出起点も存在しなくなるために、吸湿性が改善され、また、クラックそれ自体が少ないことにより本来の張力効果効果が発揮され、鉄損も効果的に低減される。

(7)なお、クロム含有処理液を用いた場合には、無機質被膜の粗度が高い場合にも乾燥中にクラックが発生したとしても、いわゆるクロム酸による自己修復機能により最終的にはクラックは少なくなる。そのため、吸湿性の劣化が生ずることがなく、被膜の強度が保たれるために鉄損改善効果が十分発現するものと推察される。

#### 【 0 0 2 1 】

このような理由により無機質被膜の粗度を  $R_a$  で  $0.4\mu\text{m}$  以下にすることにより健全なクロムを含まず耐吸湿性に優れたリン酸塩系絶縁被膜を被成することができる。しかしながら、無機質被膜の粗度が  $R_a$  で  $0.1\mu\text{m}$  未満となると、耐剥離特性が劣化するので、無機質被膜の粗度が  $R_a$  で  $0.1\mu\text{m}$  以上としなければならない。

#### 【 0 0 2 2 】

図2は、前記と同様にして準備した方向性電磁鋼板（無機質被膜としてTiN被膜を有するもの）の表面粗度を  $0.7\mu\text{m}$  以下の範囲で変化させ、その上に前記「リン酸系処理液」を塗布焼付けしたものの耐剥離性試験の結果を示す。ここに耐剥離性試験は、上記により調整した被膜付き電磁鋼板から幅30mm、長さ280mmの試験片を切り出し、これを直径10~70mmの円筒に巻き付けて剥離が生じるときの最小円筒直径を剥離径として評価したものである。剥離径が小さいほど優れたものと評価される。なお、試験温度は室温、25である。図2に示す結果から無機質被膜の表面粗度  $R_a$  が  $0.1\mu\text{m}$  未満になると耐剥離特性の著しい劣化が認められることが分かる。したがって、本発明においては無機質被膜の粗度は算術平均表面粗度  $R_a$  で  $0.1$  以上  $0.4\mu\text{m}$  以下の範囲としなければならない。

#### 【 0 0 2 3 】

上記のように無機質被膜が形成され、粗度が調整された電磁鋼板上には、クロムを含有しないリン酸塩系の絶縁被膜が被成される。そのための組成物としては、クロムを含まない方向性電磁鋼板用表面処理剤等として提案されているものを利用することができる。代表的には、特許文献3に記載の組成物を用いることができるほか、特許文献4~6に記載の組成物を利用することができる。また、これら組成物にさらにシリカ、アルミナ等の無機鉱物粒子を添加して、耐スティッキング性を改善することも可能である。なお、上記クロムを含有しないリン酸塩系の絶縁被膜の被成厚さは、被膜の目付け量により測定して両面で  $4\sim 15\text{g}/\text{m}^2$  とするのがよい。  $4\text{g}/\text{m}^2$  より少ないと電磁鋼板の層間抵抗が低下し、一方  $15\text{g}/\text{m}^2$  より多いと占積率が低下するためである。

#### 【 0 0 2 4 】

上記組成物は、前記の粗度を有する電磁鋼板（無機質被膜付き）に塗布、乾燥される。その条件も上記特許文献等に関連されている条件でよい。すなわち、被膜組成物を適当な濃度のコーティング処理液として準備し、これをロールコーター等の適当な塗布手段によって前記の粗度を有する電磁鋼板（無機質被膜付き）に塗布し、これを連続炉等の適当な炉によって  $100$  以上の温度で焼付け処理する。

## 【 0 0 2 5 】

上記コーティング液の乾燥工程に続いて、焼付けを兼ねた平坦化焼鈍が行なわれる。この平坦化焼鈍の条件も特に限定されるものではないが、200～700 の温度範囲に亘る昇温速度を10～60 / s とするのが望ましい。この温度範囲での昇温速度が10 / s 未満と小さすぎると水蒸気等のガスが発生した時にこれがフクレとして残りやすく一方、60 / s を超えるとクラックが残りやすいからである。また、焼鈍温度は700 ～950 の温度範囲で2～120秒程度の均熱時間とするのが望ましい。上記条件よりも温度が低すぎかつ、時間が短すぎる場合には平坦化が不十分で形状不良のために歩止が低下し一方、温度が高すぎて時間が長すぎる場合には平坦化焼鈍の効果が強すぎて鋼板がクリープ変形して磁気特性が劣化するためである。

10

## 【 実施例 1 】

## 【 0 0 2 6 】

板厚0.23mmのフォルステライト被膜を有する方向性電磁鋼板（磁束密度：1.92T）を準備した。これを酸洗してフォルステライト被膜を除去した後、機械研磨により算術平均表面粗度Raがそれぞれ0.22μm、0.32μm、0.42μmおよび0.61μmとした。得られた各表面粗度を有する鋼板に、コロイド状シリカ：50%、リン酸マグネシウム：40%、硫酸マンガン：9.5%、微粉末シリカ粒子：0.5%（乾固固形分の質量比）を有するコーティング液を前記鋼板に対し両面で8g/m<sup>2</sup>（乾燥状態）の割合で塗布し、200～700 までの昇温速度を20 / s の昇温速度により850 で30秒間、乾N<sub>2</sub>雰囲気中で焼付け処理して無機質被膜付き電磁鋼板とした。

20

## 【 0 0 2 7 】

得られた無機質被膜付き電磁鋼板をサンドペーパーによって表面粗度が算術平均粗度Raでそれぞれ0.05、0.23、0.37、0.51μmとなるように研磨した。このように粗度調整のされた無機質被膜付き電磁鋼板上に、コロイド状シリカ：50%、リン酸マグネシウム：40%、硫酸鉄：6%、ホウ酸：4%（乾固固形分の質量比）を含有するコーティング液を両面で10g/m<sup>2</sup>（乾燥状態）の割合で塗布し、200～700 までの昇温速度を20 / s として850 で30秒間、乾N<sub>2</sub>雰囲気での焼付け処理した。得られた鋼板の特性を表1に示す。これにより本発明のとおり無機質被膜が所定範囲にあるものはいずれも良好な被膜特性および低い鉄損値を有することが確認できる。特に、地鉄（露出した方向性電磁鋼板）の表面の粗さを算術平均粗さRaで0.4μm以下としたものは、特に低鉄損値が得られることが確認できる。なお、P溶出量とは、50mm×50mmの試験片3枚を100 蒸留水中で5分間浸漬煮沸することによって得られるP溶出量（μg/150cm<sup>2</sup>）である。また、被膜の表面性状は鋼板表面を10mm×10mmの試験片によりSEMにより観察し表面に生じたふくれ、割れの有無に評価したものである。耐剥離性は直径10～70mmの円筒に巻き付けて剥離が生じるときの最小円筒直径を剥離径として評価したものである。

30

## 【 0 0 2 8 】

【表 1】

表面粗さ (Ra、 $\mu\text{m}$ )		鋼板の特性				備考
地鉄	無機質被膜	鉄損値 $W_{15/50}$ (W/kg)	P 溶出量	表面性状	耐剥離性	
0.22	0.05	0.72	45	○	×	比較例
0.22	0.23	0.73	61	○	○	発明例
0.22	0.37	0.73	56	○	○	発明例
0.22	0.51	0.76	98	×	○	比較例
0.32	0.05	0.73	42	○	×	比較例
0.32	0.23	0.72	48	○	○	発明例
0.32	0.37	0.74	64	○	○	発明例
0.32	0.51	0.77	102	×	○	比較例
0.42	0.05	0.77	50	○	×	比較例
0.42	0.23	0.78	56	○	○	発明例
0.42	0.37	0.78	70	○	○	発明例
0.42	0.51	0.80	106	×	○	比較例
0.61	0.05	0.80	51	○	×	比較例
0.61	0.23	0.82	60	○	○	発明例
0.61	0.37	0.82	66	○	○	発明例
0.61	0.51	0.88	105	×	○	比較例
P 溶出量： $\mu\text{g}/150\text{cm}^2$ 表面性状：SEM試験による表面観察による ○：表面にふくれ、割れなし ×：表面にふくれ、割れが激しく認められる。 耐剥離性： ○：50mm以下、×：50mm超						

## 【実施例 2】

## 【0029】

板厚0.27mmの被膜を形成させないようにしてフォスファイト被膜を有しない地鉄が露出した鋼板を得た。得られた鋼板の粗度は0.26および0.59 $\mu\text{m}$ の2種類であった。また、その磁束密度 $B_g$ はいずれも1.89Tであった。この地鉄が露出した鋼板にPVDによりSiNを蒸着し、その際、粗度をそれぞれ0.12、0.33、0.42 $\mu\text{m}$ に調整して無機質被膜付き電磁鋼板とした。

## 【0030】

上記の粗度を有する無機質被膜付き電磁鋼板上にコロイド状シリカ：50%、第一リン酸塩化合物：40%、無機化合物：9.5%、微粉末シリカ粒子：0.5%（乾固固形分の質量比）を含有するコーティング液を両面で10g/m<sup>2</sup>（乾燥状態）の割合で塗布し、200～700までの昇温速度を30/sとして850で30秒間、乾N<sub>2</sub>雰囲気での焼付け処理した。得られた鋼板の特性を表2に示す。これにより本発明のとおり無機質被膜が所定範囲にあるものはいずれも良好な被膜特性および低い鉄損値を有することが確認できる。なお、P溶出量、発粉性および耐剥離性の評価実施例1の場合と同様である。

【 0 0 3 1 】

【表 2】

表面粗さ (Ra、 $\mu\text{m}$ )		鋼板の特性				備考
地鉄	無機質被膜	鉄損値 $W_{15/50}$ (W/kg)	P 溶出量	表面性状	耐剥離性	
0.26	0.12	0.74	59	○	○	発明例
0.26	0.33	0.74	63	○	○	発明例
0.26	0.42	0.78	98	×	○	比較例
0.59	0.12	0.82	84	○	○	発明例
0.59	0.33	0.83	71	○	○	発明例
0.59	0.42	0.86	104	×	○	比較例

10

【図面の簡単な説明】

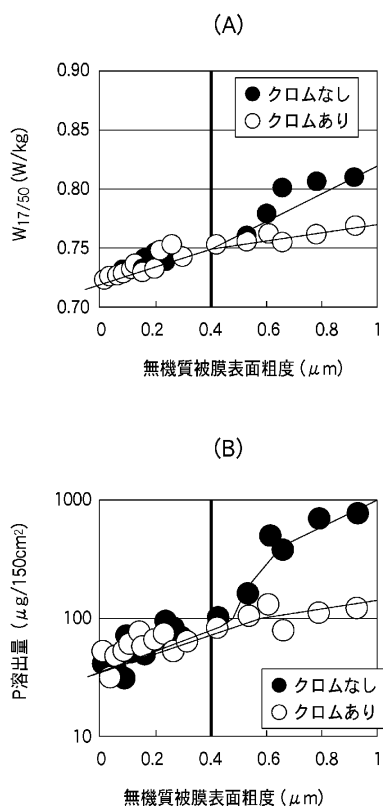
【 0 0 3 2 】

【図 1】方向性電磁鋼板の無機質被膜表面粗度 ( $R_a$  ( $\mu\text{m}$ )) と電磁鋼板の鉄損値 ( $W_{17/50}$  (W/kg)) および P 溶出量との関係を示すグラフである。

20

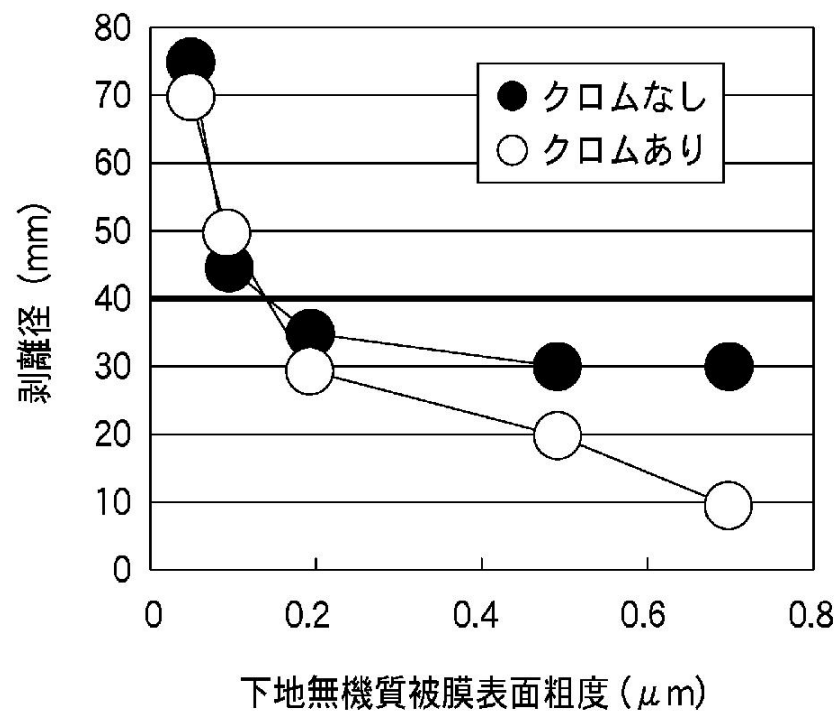
【図 2】方向性電磁鋼板（無機質被膜として TiN 被膜を有するもの）における TiN 被膜の表面粗度と被膜耐剥離性試験との関係を示すグラフである。

【図 1】





【図 2】



---

フロントページの続き

審査官 祢屋 健太郎

(56)参考文献 特開平 1 1 - 1 3 1 2 5 1 ( J P , A )  
特開 2 0 0 0 - 1 7 8 7 6 0 ( J P , A )  
特開昭 6 2 - 0 2 3 9 8 4 ( J P , A )  
特開平 1 1 - 2 2 2 6 5 4 ( J P , A )

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)  
C 2 3 C 2 2 / 0 0 - 2 2 / 8 6  
C 2 3 C 2 8 / 0 0  
C 2 5 D 1 1 / 3 6  
H 0 1 F 1 / 1 6