

(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10月6日(06.10.2022)



(10) 国際公開番号

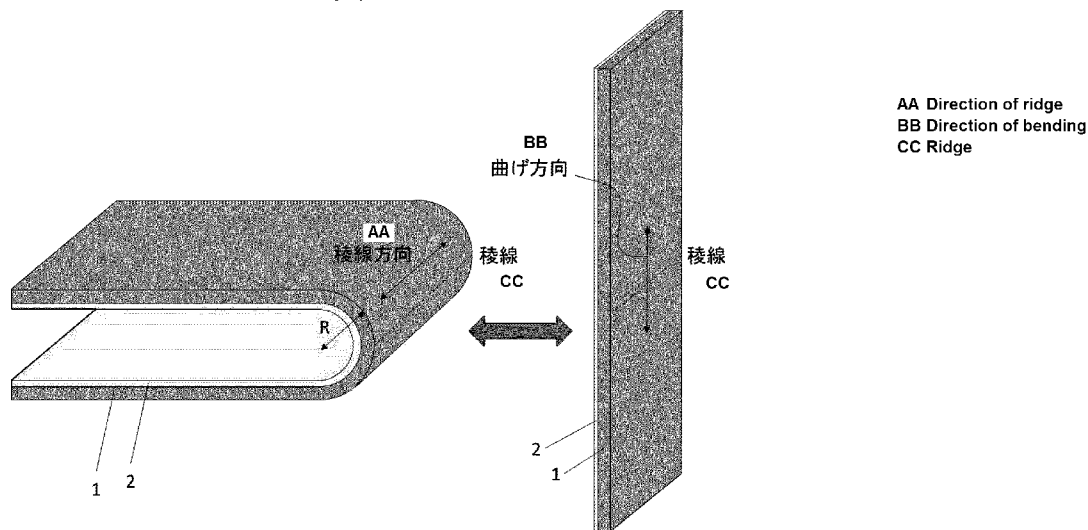
WO 2022/210918 A1

- (51) 国際特許分類:  
C21D 9/46 (2006.01) C22C 38/58 (2006.01)  
C22C 38/00 (2006.01) C22C 38/60 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2022/016116
- (22) 国際出願日: 2022年3月30日(30.03.2022)
- (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 2021-060087 2021年3月31日(31.03.2021) JP
- (71) 出願人: 日鉄ケミカル & マテリアル株式会社(NIPPON STEEL CHEMICAL & MATERIAL CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1030027 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 木村 圭一 (KIMURA, Keiichi); 〒1008071 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 日本製鉄株式会社内 Tokyo (JP). 吉田 祐基(YOSHIDA, Yuuki); 〒1008071 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 日本製鉄株式会社内 Tokyo (JP). 平賀 拓也(HIRAGA, Takuya); 〒1030027 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 日鉄ケミカル & マテリアル株式会社内 Tokyo (JP). 福田 将大(FUKUDA, Masahiro); 〒1030027 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 日鉄ケミカル & マテリアル株式会社内 Tokyo (JP). 隈 裕二(KUMA, Yuji); 〒1030027 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 日鉄ケミカル & マテリアル株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 青木 篤, 外 (AOKI, Atsushi et al.); 〒1050001 東京都港区虎ノ門一丁目23番1号 虎ノ門ヒルズ森タワー 青和特許法律事務所 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,

(54) Title: FLEXIBLE STAINLESS FOIL AND FLEXIBLE LIGHT-EMITTING DEVICE

(54) 発明の名称: 可撓性ステンレス箔および可撓性発光デバイス

図1



(57) Abstract: Provided is a stainless foil having improved durability against repeated bending under stringent bending conditions that are required for foldable displays and rollable displays. The stainless foil is a rolled stainless foil having a thickness of 0.1 mm or less, and is a flexible stainless foil having a tensile strength of 1800 MPa or more and a maximum height roughness Rz of 0.35 μm or less, in which the maximum height roughness Rz is measured from a roughness curve for the surface of the stainless foil which is measured in the same direction as the direction of stretching.



WO 2022/210918 A1

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, 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))
- 

(57) 要約: フォルダブルディスプレイ、ローラブルディスプレイに求められる厳しい曲げ条件下での繰り返し曲げに対する耐久性を高めたステンレス箔を提供する。このステンレス箔は、厚さが0.1 mm以下の圧延ステンレス箔であって、引張強度が1800 MPa以上であり、引張方向と同じ方向に測定した前記ステンレス箔表面の粗さ曲線から求めた最大高さ粗さRzが0.35 μm以下である可撓性ステンレス箔である。

## 明 細 書

発明の名称：可撓性ステンレス箔および可撓性発光デバイス

### 技術分野

[0001] この発明は、小さな曲率での繰り返し曲げに対して高い耐久性を有するステンレス箔およびそれを含む可撓性発光デバイスに関する。

### 背景技術

[0002] 曲げることが可能な可撓性の発光素子、特に有機EL素子が開発され、近年画面自体が折り曲げられるフォールドデバイスやロール状に巻いて収納できるローラブルデバイスと呼ばれる電子機器が開発されている。有機EL素子はそれ自体の強度、剛性がない為、その背面に補強板が必要になる場合が多い。補強板は有機EL素子に貼り合わされ、画面が折り曲げられることから可撓性が必要であり、主にはステンレス薄板、もしくはステンレス箔が選択される。このような補強板に求められる特性は繰り返しの曲げに対して耐久性があることである。ここで耐久性とは具体的には曲げ癖が付かないことと破壊しないことである。曲げ癖とは、曲げ戻して除荷した後に生じる永久変形をいう。また、破壊しないこととは、繰り返し曲げによる金属疲労により、ステンレス薄板、もしくはステンレス箔にき裂が入らないこと、破断しないことである。

[0003] 疲労特性に優れるステンレス薄板、もしくはステンレス箔に関する発明としては、ステンレス箔の介在物を低減する方策（特許文献1）や、ステンレス箔の圧延方向に対して垂直方向の表面断面曲線の平均山間隔を規定する方策（特許文献2）が開示されている。

[0004] また、フレキシブルディスプレイ用基板に使用されるステンレス箔として、ステンレス箔の圧延方向と圧延方向に垂直な方向の平均の算術平均粗さ（Ra）が50nm以下のステンレス箔が考案されている（特許文献3）。このフレキシブルディスプレイ用ステンレス鋼箔における曲率は、請求の範囲の記載から比較的大きな曲率が想定されている。ステンレス箔を基板として

薄い絶縁膜を介してその上に回路を形成する基板としては、ディスプレイの解像度を損ねないように平滑性が求められる。

[0005] 特許文献4には、ステンレスまたはチタンよりなるフレキシブルな伝導性基板と、伝導性基板上に形成される薄膜トランジスターを含む有機発光装置が提案されている。この発光装置は伝導性基板にバイアスを加えるシステムに関するものであり、フレキシブル基板に求められる特性は伝導性であり、繰り返し曲げは想定されていない。特許文献5には有機EL等発光パネルの補強材としてステンレスを用いることが記述されているが、一般的に強度の小さいプラスチック、アルミニウム、シリコンゴムと同列で記述されており、近年求められている厳しい繰り返し曲げに対する用途は想定されていない。

[0006] 近年のフォルダブルデバイスやローラブルデバイスのディスプレイに使用される補強用のステンレス薄板、もしくは箔に対しては、従来求められてこなかったような小さな曲率での曲げ、また大きな曲げ角度に対しての耐久性が求められている。また、基板としてではなく補強板として使用する場合、求められる曲率は、より小さいものが必要になる場合がある。また、これらの電子機器に対しては、クラムシェル型端末、スライド式端末、またタブレット端末と同様に、補強板の薄化、軽量化が求められ、曲げの曲率はますます小さくなり、補強板に求められる金属材料はより精緻な要件が求められ、現行の材料では対応できなくなりつつある。

## 先行技術文献

### 特許文献

- [0007] 特許文献1：特開平1-309919号公報  
特許文献2：特開2005-307295号公報  
特許文献3：国際公開第2009/139495号  
特許文献4：特開2007-11256号公報  
特許文献5：特開2016-75884号公報

### 発明の概要

## 発明が解決しようとする課題

[0008] ステンレス箔の強度を高めるためには、一般的に圧延によってステンレス鋼を加工硬化する方法がとられる。圧延によって高い強度を得ようとした場合、圧延ロールの凹凸、圧延オイルのまき込み等によってステンレス箔の表面平滑性が損なわれる。本発明の目的は、フォルダブルディスプレイ、ローラブルディスプレイに求められる厳しい曲げ条件下での繰り返し曲げに対する耐久性を高めるため、必要な耐久性が得られる要件を明らかにして、これまで求められてこなかった曲げ方向の最大高さ粗さ ( $R_z$ ) と強度の、ステンレス箔の相反する条件を満たすステンレス箔を提供することである。

## 課題を解決するための手段

[0009] 本発明は、下記の態様を含む。

(1) 厚さが0.1 mm以下の圧延ステンレス箔であって、引張強度が1800 MPa以上であり、引張方向と同じ方向に測定した前記ステンレス箔表面の粗さ曲線から求めた最大高さ粗さ  $R_z$  が0.35  $\mu\text{m}$ 以下である可撓性ステンレス箔。

(2) 前記厚さが0.05 mm以下であり、かつ前記  $R_z$  に対する最大谷深さ  $R_v$  の比 ( $R_v/R_z$ ) が0.6以下であり、かつ引張強度を測定した時の破断伸びが1%以上2%以下である前記(1)に記載の可撓性ステンレス箔。

(3) 前記引張方向と同じ方向に  $R/t = 100$  ( $R$ は曲げ半径 (mm)、 $t$  (mm) は厚さ) を満たす値で180°曲げ、その後0°まで戻すことを繰り返した時、

前記ステンレス箔の表面に長さ5 mm以上のき裂が発生するまでの繰り返し曲げ回数が100000回以上であり、

曲げ癖が開き角で170°以上である、前記(1)または(2)に記載の可撓性ステンレス箔。

(4) 前記  $R_z$  が0.30  $\mu\text{m}$ 以下であり、

前記引張方向と同じ方向に  $R/t = 75$  を満たす値で180°曲げ、その

後0°まで戻すことを繰り返した時、

前記ステンレス箔の表面に長さ5mm以上のき裂が発生するまでの繰り返し曲げ回数が100000回以上であり、

除荷した時の曲げ癖が開き角で170°以上である、前記(1)または(2)に記載の可撓性ステンレス箔。

(5) 前記ステンレス箔の成分が、質量%で、C:0.15%以下、Si:1.00%以下、Mn:2.00%以下、P:0.045%以下、S:0.030%以下、Ni:6.00~8.00%、Cr:16.00~18.00%、N:0.20%以下を含み、マルテンサイト相を含む、前記(1)から(4)のいずれかに記載の可撓性ステンレス箔。

(6) 前記ステンレス箔の断面のマルテンサイト相の面積割合が50%以上である前記(1)から(5)のいずれかに記載の可撓性ステンレス箔。

(7) 前記ステンレス箔の表面に面状の可撓性発光電子素子を貼り合わせて有する、前記(1)~(6)のいずれかに記載の可撓性ステンレス箔。

(8) 前記可撓性発光電子素子が有機EL表示素子である、前記(7)に記載の可撓性ステンレス箔。

(9) 前記(1)~(6)のいずれかに記載の可撓性ステンレス箔および面状の可撓性発光電子素子を含む可撓性発光デバイス。

## 発明の効果

[0010] 本発明は、フォルダブルディスプレイ、ローラブルディスプレイに求められる厳しい曲げ条件下での繰り返し曲げに対する耐久性を高めるため、曲げ方向の最大高さ粗さと強度との相反する条件を同時に満たすステンレス箔を提供する。

具体的には、厚さが0.1mm以下であり、引張強度が1800MPa以上であり、引張方向と同じ方向に測定した該ステンレス箔表面の粗さ曲線から求めた最大高さ粗さR<sub>z</sub>が0.35μm以下であり、特に厳しい繰り返し曲げにさらされる有機ELディスプレイ等に使用する補強材を提供できる。

## 図面の簡単な説明

- [0011] [図1]フォルダブルディスプレイの利用形態の一例を示した図である。  
[図2]ローラブルディスプレイの利用形態の一例を示した図である。  
[図3]ローラブルディスプレイの利用形態の一例を示した図である。  
[図4]クラムシェル型の繰り返し曲げ試験機とその動作を示す図である。

### 発明を実施するための形態

- [0012] (利用形態と用語の説明)

発明のステンレス箔の利用形態の例を図1から図3に示す。図1はフォルダブル電子機器用のディスプレイパネルの1例であり、図2、図3はローラブル電子機器用のディスプレイパネルの例である。これらの図は、いずれも本発明のステンレス箔の利用形態を説明するために単純化したものである。本発明のステンレス箔1は、例えば有機EL表示素子のような発光素子2を接着剤等で、面で貼り合わせて使用される。

- [0013] 図1は発光素子2がステンレス箔1の内側に貼られている例であるが、発光素子はステンレス箔1の外側に貼られていても良い。図1の形態の場合は、ステンレス箔は完全に閉じた状態と180°開いた状態で、繰り返し曲げを受ける。

本明細書では、ステンレス箔の繰り返しの曲げの角度を展開角と呼称し、閉じた状態を基準(0°)とし、これを「閉じ角」、最も開いた状態を「開き角」とする。閉じ角の最小値は0°であり、開き角の最大値は360°である。したがって、展開角の範囲は0°以上、360°未満となる。図1の場合は、閉じ角が0°、開き角が180°、展開角が180°となる。

- [0014] 本発明の可撓性ステンレス箔を、例えば、フォルダブルディスプレイ用とした場合、ステンレス箔の閉じ角、開き角、展開角は、必ずしも限定されないが、本発明のステンレス箔は展開角180°の繰り返し曲げに対する耐久性を有する箔である。携帯電話に代表されるフォルダブル端末のような用途では、図1のように完全に畳んだところから完全に開いてスマートフォンのような平面状態で使用される場合が多く、ステンレス箔への曲げの程度は閉じ角0°、開き角180°、展開角180°である。ラップトップ端末のよ

うな場合は、展開角が $180^\circ$ である必要はなく、ディスプレイの視認性から開き角は $135^\circ$ 程度まで展開できた方が良く、本発明の可撓性ステンレス箔を適用できる。

[0015] 図1のような曲げ形態では、曲げられた箇所、ステンレス箔1の断面は曲げ半径Rで規定される円弧状に曲げられる。他の部材との拘束や曲げ半径によっては完全な円弧にならない場合があるが、本発明で規定する曲げ半径Rは、図1に示すように曲げた際に曲がりを円弧に近似した時の外周表面の半径をRとする。Rを小さくすれば、電子機器の畳んだ状態の厚さを薄くすることができ、本発明のステンレス箔は有用である。

[0016] 本発明では、ステンレス箔平面を二つ折りした時、折り目形成する線を稜線、稜線方向を稜線方向と呼ぶ。ステンレス箔を平面に戻した時、平面内で稜線と直角な方向を曲げ方向と呼ぶ。

図1のような形態では、曲げられた箇所は稜線近傍上の局所的な箇所に曲げ歪みを受けるが、図2、図3のようなローラブルディスプレイでは、繰り返し曲げを受ける箇所はステンレス箔の全域に近い面積に及び、変化する。図2、図3のようなローラブルディスプレイで利用されるステンレス箔の閉じ角は $0^\circ$ 、開き角は $180^\circ$ 、展開角は $180^\circ$ である。

図2のようにディスプレイの幅を広げて使用する場合の最大半径は一定であるが、図3のようにロール状に巻いて使用する形態の場合は、ステンレス箔外周面の最も小さな曲げ半径をR (mm)とする。曲げ半径Rを小さくすることができれば、図2のようなスライド型のローラブルディスプレイでは全体を薄くすることができ、図3のような巻取型のローラブルディスプレイでは、収納スペースを小さくすることができる。本発明の高耐久のステンレス箔はローラブルディスプレイにとって非常に有用である。

[0017] 本発明は、厚さtが $0.1\text{mm}$ 以下の圧延ステンレス箔であって、圧延方向、または圧延方向と垂直な方向の少なくともいずれか一方の引張強度が $1800\text{MPa}$ 以上であり、引張方向と同じ方向に測定した該ステンレス箔表面の粗さ曲線から求めた最大高さ粗さ $R_z$ が $0.35\mu\text{m}$ 以下である可撓性ス

テンレス箔である。

[0018] また、好ましくは、前記厚さが0.05mm以下であり、かつ前記 $R_z$ に対する最大谷深さ $R_v$ の比( $R_v/R_z$ )が0.6以下であり、かつ引張強度を測定した時の破断伸びが1%以上2%以下である可撓性ステンレス箔である。

[0019] 更に好ましくは、上記に追加して、引張方向と同じ方向に $R/t=100$  ( $R$ は曲げ半径(mm)、 $t$ (mm)は厚さ)を満たす値で $180^\circ$ 曲げ、その後 $0^\circ$ まで戻すことを繰り返した時、前記ステンレス箔の表面に長さ5mm以上のき裂が発生するまでの繰り返し曲げ回数が10000回以上であり、曲げ癖が開き角で $170^\circ$ 以上である可撓性ステンレス箔である。

本発明の好ましいステンレス箔として規定する $R/t$ は、材料が受ける応力、歪を考慮した曲げの厳しさを表す指標である。同じ $R$ でも材料の厚さ( $t$ )が厚くなると材料が局所的に受ける応力と歪みは大きくなるが、一方で材料には用途に応じた強度や剛性が必要である。本発明のステンレス箔で指標とする $R/t=100$ は、展開角 $180^\circ$ で繰り返し曲げ耐久性が必要とされる金属箔の応用形態ではこれまで殆ど見られなかったものである。

[0020] (ステンレス箔)

本発明において、ステンレス箔の成分は限定されるものではないが、主に電子機器に使用されるステンレス箔が対象であることから、耐食性の良い鉄(Fe)を主成分、具体的には50質量%以上であり、クロム(Cr)を、10.5質量%以上を有するものが挙げられる。以降、本発明では、特に断らない限りステンレス箔の成分値の表記は質量%とする。

[0021] 本発明のステンレス箔は極めて高い強度を実現させなければならないので、現在商用で使用されている素材の中ではその品種は多くはない。例えば、C:0.15%以下、Si:1.00%以下、Mn:2.00%以下、P:0.045%以下、S:0.030%以下、Ni:6.00~8.00%、Cr:16.00~18.00%、N:0.20%以下の成分を含むステンレス箔が挙げられ、また、C:0.07~0.10%、Si:0.75%以

下、P：0.030%以下、S：0.030%以下、N：0.25～0.40%、Ni：5.50～7.00%、Cr：17.50～20.00%、Mn：9.0～12.0%元素を含むオーステナイト系ステンレス箔が挙げられる。

[0022] 前者のステンレス箔は、JIS規格でいうSUS301、SUS301Lと呼称されるもので、ばね材として使用される場合もあり、本発明のステンレス箔の強度と粗さの規定を満たすように、製造方法を鋭意工夫して製造することが可能であることがわかった。後者のステンレス箔は、日鉄ステンレス株式会社のNSSC130Sと呼称される商品であり、これも製造方法を鋭意工夫して製造することにより、本発明のステンレス箔の強度と粗さの規定を満たすことができることがわかった。この材料は非磁性であり、磁性を嫌う用途で有用である。

[0023] 本発明のステンレス箔の組織については特に限定しないが、マルテンサイト組織が発達したオーステナイト系ステンレスが好適である。一部のオーステナイト系ステンレス鋼は加工により応力、または歪み誘起型のマルテンサイト相を形成する。本発明のステンレス箔は強度を確保するためにこの加工誘起された強度の高いマルテンサイト組織が発達した組織構造であることが望ましい。

そして更にマルテンサイト組織が面積率で50%以上、更には60%以上を占めることが好ましく、オーステナイト相と混相組織を形成していることで、本発明のステンレス箔に規定する範囲における曲げに対する耐久性を得ることができる。

マルテンサイト組織の面積率の測定は、FE-SEM（電界放射型電子顕微鏡）に敷設したEBSD（電子線後方散乱回折法）によって箔の厚さ方向と垂直な箔面の研磨面で評価するものとする。SUS301箔のように加工によってマルテンサイト変態するものについては、機械研磨によるマルテンサイト変態を防止するために化学研磨で表面を平滑にする。測定条件は、倍率1500倍、測定領域60×120 $\mu$ m、測定間隔は0.08 $\mu$ mとし、

測定は場所を変えて3視野について行ないその平均値をとるものとする。EBSDでは各測定点からの回折線からその点における結晶構造とその方位を判定することができる。マルテンサイト相の割合はマルテンサイト相と判定された相の測定点の割合をもってその面積率を求めるものとする。SUS301やSUS301Lの場合、体心立方晶(bcc)を有する相はマルテンサイト相とみなしてよく、この結晶構造の全体に対する点数割合をマルテンサイト相の面積率とする。

[0024] オーステナイト相とマルテンサイト相の共存組織は、例えば、SUS304やSUS301等の準安定なオーステナイトステンレス鋼を強圧延して、オーステナイトから加工誘起したマルテンサイトに相変態させて得ることができる。特にこのように製造されたステンレス箔は、強度の高いマルテンサイト相と歪みの蓄積されたオーステナイト相で構成されるから、本発明のステンレス箔として好ましい。特にC:0.15%以下、Si:1.00%以下、Mn:2.00%以下、P:0.045%以下、S:0.030%以下、Ni:6.00~8.00%、Cr:16.00~18.00%、N:0.20%以下の成分を含むステンレス箔が本発明のステンレス箔の素材として好適である。

[0025] 上記の成分を有し、残部が鉄と不可避不純物である材料がSUS301、SUS301Lである。SUS301Lは炭素の成分値を0.03%まで低減する代わりに窒素を0.2%以下の範囲で意図的に添加した材料である。強度はSUS301Lの方が高めやすく、粗さを本発明の規定の範囲に成るよう製造できれば、更に望ましい材料である。これらのJIS規格鋼種の派生した材料としてNbが添加した材料は疲労強度が高く、強度と最大高さ粗さR<sub>z</sub>を本発明の規定の範囲に成るよう製造できれば、特に望ましい材料である。

[0026] 本発明の好ましいステンレス箔にオーステナイト相とマルテンサイト相を形成させるためには、総圧延率、圧延通板速度等を制御することにより得ることができる。製造条件の詳細は後述する。

[0027] 加工誘起変態を利用して本発明のステンレス箔の相構造を形成し、マルテンサイト相の面積率を50%以上、好ましくは60%以上とした場合、結晶粒は圧延方向に長く、箔厚方向に短いラメラ状の組織になり、箔厚方向から箔面内の組織を見るとオーステナイト相が島状に分布した組織になっており、このような複相組織の形成がき裂の進展を阻害することで、曲げ耐久性が向上する。

[0028] 本発明のステンレス箔は、曲げ半径Rが1mm以上10mm以下で、繰り返し曲げて使用することができる。この条件で使用される箔の厚さt (mm) は、0.1mm以下であって、 $R/t$ が30以上120以下であり、展開角が $135^\circ$ 以上で繰り返し曲げて使用される用途に使用されることを想定している。

$R/t$ が30よりも小さい用途で使用される場合は、曲げ癖が付き、必要とする破断寿命は満たすことは難しい。また、 $R/t$ が120より大きい用途で使用される場合は、本発明の箔の引張強度と最大高さ粗さ( $R_z$ )の要件を満たさない従来のステンレス箔でも曲げ癖や破断寿命を満たすことができる。以降、本明細書では、フォルダブルデバイスとローラブルデバイスを区別する必要がない場合は、両者を総称してフォルダブルデバイスと呼ぶ。フォルダブルデバイスに用いられるステンレス箔の厚さtの下限值に制限は定めないが、発光素子を補強する目的から0.02mm以上であることが一般的である。

[0029] フォルダブルデバイスに求められる耐曲げ回数は、そのデバイスの用途にもよるが最低10万回は必要であり、 $R/t=100$ 、展開角 $180^\circ$ で10万回の繰り返し曲げ試験を行った時、ステンレス箔の表面に導入されるき裂が5mm以下であることが、本発明の好ましいステンレス箔に求められる基準とする。

本発明の可撓性ステンレス箔はフォルダブルデバイスに使用される有機EL表示素子に代表される可撓性発光表示素子と貼り合わせて、一体として使用することができる。ステンレス箔の屈曲部表面にき裂があると局所的に大

きな変形が生じ、発光表示素子の表示に異常をきたし、場合によっては破損する場合がある。したがって、き裂は生じない方が望ましいが、発光表示素子とステンレス箔の間の接着層による緩衝作用があるため、最大5 mmまでのき裂は許容できるものとする。

[0030] フォルダブルデバイスは今後、小型化、薄型化、軽量化されていくと予想され、本発明のステンレス箔は、 $R/t = 75$ 、展開角 $180^\circ$ で10万回の繰り返し曲げ試験を行った時、ステンレス箔の表面に導入されるき裂が5 mm以下であることが望ましく、更には $R/t = 67$ 、展開角 $180^\circ$ で10万回の繰り返し曲げ試験を行った時、ステンレス箔の表面に導入されるき裂が5 mm以下であることが望ましく、 $R/t = 50$ 、展開角 $180^\circ$ で10万回の繰り返し曲げ試験を行った時、ステンレス箔の表面に導入されるき裂が5 mm以下であることが望ましい。

[0031] また、繰り返し曲げた後の永久変形（曲げ癖）も、耐久性の指標として必要である。曲げを繰り返した時、曲げ方向に生じる曲げ癖が小さい場合は、電子機器を構成するヒンジやフレームで矯正されるため問題にならないが、曲げ癖が大きくなるとディスプレイの表示にゆがみ等の不具合を生じさせる。フォルダブルディスプレイの補強板の用途を考慮すると、本発明のステンレス箔に求められる曲げ癖の許容範囲は、展開角 $180^\circ$ 以上で10000回の繰り返し曲げ試験を行った後、ステンレス箔の曲げ方向に重力等の力が加わらないようにしてステンレス箔の曲げ稜線に沿った塑性変形によって生じる開き角を測定し、これを自由開き角とした時、 $170^\circ$ 以上であることが好ましい。 $175^\circ$ 以上であれば望ましく、全く曲げ癖が付かない $180^\circ$ であれば更に望ましい。

曲げ癖の測定は、ステンレス箔を平らな机の上に、曲げ稜線が机の天板平面と垂直になるように立てて、真上から上端部にフォーカスを合わせてデジタルカメラで撮影し、その画像を用いてステンレス箔について角度を計測することで行う。

[0032] ステンレス箔の繰り返し曲げ試験は、クラムシェル型の繰り返し曲げ試験

機を使用した、閉じ角 $0^{\circ}$ 、開き角 $180^{\circ}$ の条件での試験とする。図4に繰り返し曲げ試験の曲げの動作を模式的に示した。コラムシェル型繰り返し曲げ試験機では、2枚1組で構成される保持板3を備えており、これにステンレス箔1を貼り合わせて保持板を傾けて、ステンレス箔1に強制曲げ変位を付与する。図4は開き角 $180^{\circ}$ の状態A、約 $90^{\circ}$ 閉じ角 $0^{\circ}$ の状態Cを示した。2枚のうち片方の保持板は駆動軸4を中心に回転しながら傾き、もう一方の保持板は、同じ角度を保ち、また両方の保持板のステンレス箔と接する稜線が図4点線で示したように平行を保って距離が変わらないように従動する。このような動作により、ステンレス箔には曲げ以外の負荷がかからないように繰り返し曲げを行うことができる。このような動作を行う市販の評価装置としてはユアサシステム機器株式会社製、無負荷コラムシェル曲げ試験機、形式DR11MRが挙げられる。

[0033] 2枚の保持板が閉じた時の板の距離を $2R$ とした時、ステンレス箔は曲げ半径 $R$ の円弧を形成するような曲げ変位を受ける。ステンレス箔の厚さ、機械特性によっては曲げた箇所が完全な円弧にならない場合があるが、本発明における $R$ は、繰り返し曲げ試験時の閉じ角 $0^{\circ}$ の状態でのギャップ $2R$ で決まる曲げ部が円弧と見立てた時のステンレス箔の外周表面の半径である。

[0034] 繰り返し曲げ試験は、ステンレス箔の大きさを幅 $40\text{mm}$ ×長さ $150\text{mm}$ の大きさに切って、長辺の中央、幅方向が曲げ稜線方向になるように測定を行うものとする。ステンレス箔の幅と長さは最小目盛り $1\text{mm}$ のスケールで最小目盛りの $1/10$ まで読んで測定し、 $\pm 0.5\text{mm}$ の公差範囲になるように切り出すものとする。厚さは最小の読み値がマイクロメートル以下の精度をもつ片側が平面、片側が球である片球マイクロメータを使用し、試料内で場所が異なる $10$ 点を測定し、その平均値を $0.1\mu\text{m}$ までとるものとする。既定の $R/t$ は $\pm 3\%$ 以内になるようにギャップの長さを $0.1\text{mm}$ 以下の精度で設定するものとする。また、曲げ稜線の両端部分はステンレス箔端部からき裂が入らないよう、保持板にステンレス箔を取りつける前に $\#1500$ 以上のエメリー紙を使用して磨いておく。曲げ速さを決める繰り返し

曲げの周波数は1 Hzとする。

[0035] 本発明のステンレス箔は曲げ方向の強度で1800MPa以上が必要である。これは曲げ癖と繰り返し曲げに対する破壊の両方から必要な条件であるが、特に曲げ癖を抑制するために必須である。ステンレス箔のヤング率がほぼ同じであるとするれば、曲げ癖発生の有無は降伏強度の強さで規定することが直接的であるが、本発明のステンレス箔の場合、降伏強度が明瞭でない場合が多く、最大強度で規定する。ステンレス箔の強度は1800MPa以上であり、更には2000MPa以上であることが望ましい。強度が1800MPa未満であると、本発明のステンレス箔で規定する条件では大きな曲げ癖が発生するので、好ましくない。

[0036] 本発明のステンレス箔における強度の測定は、長さ150mmのJIS13号Bに準じた形状に切り出した試料を用いる。試験は、JIS2241「金属材料引張試験方法」に準じた方法を取るものとし、ロードセルにかかる荷重を読み取りながら、クロスヘッドスピード50mm/minの速さで行い、破断までの最大荷重を試験片の断面積で除した値を強度とする。また、伸び値を計測する場合は、伸び計を使用して計測するものとする。

ステンレス箔面内の切り出す方向で引張強度に差がある場合は、その最大値が1800MPa以上を満たせば良い。フォルダブルデバイス用ステンレス箔として使用する場合は、引張強度が1800MPa以上を満たす方向を曲げ方向として使用されることになる。

[0037] 本発明の可撓性ステンレス箔は発光電子素子を箔面で接着して、2つ折り（曲げ）したり、ロール状に巻いたりすることができる照明やディスプレイ等の発光デバイスの補強材として使用される。これらのデバイスでは単に曲面を形成するだけでなく、小さな曲率で繰り返す曲げにさらされる。特に発光電子素子の1つである有機EL表示素子は高演色で高精細な表示ができる素子であり、高価格帯のテレビや携帯電話のディスプレイに使用される。補強材の曲げ癖や破壊き裂、及び補強材と接着剤の剥離はその部分での表示

の品質を落すことから、特に高い耐久性が求められる。そのために特定方向、具体的には曲げ方向に高い引張強度と小さな粗さが必要である。本発明のステンレス箔は発光電子素子が直接形成される基板ではないから、面として平滑である必要はない。しかし、曲げ方向に計測した粗さは曲げ耐久性に大きな影響を与える。

ここで本発明において重要な要件は、強度と粗さの両立であり、粗さの測定方向は、引張試験における強度の測定方向一致している必要がある。測定方向が同じ強度と粗さ是一对となる要件である。圧延したステンレス箔面内では粗さが測定方向で異なることは通常であり、本発明のステンレス箔は、面内のいずれかの方向で規定の強度と粗さを満たす必要がある。フォルダブルデバイス用ステンレス箔として使用する場合は、本発明の規定値を満たす方向を曲げ方向として使用されることになる。以下、曲げ方向に対する粗さの規定値について説明する。

[0038] 本発明のステンレス箔で想定している厳しい繰り返し曲げ条件では、曲げ方向に測定したステンレス箔表面の最大高さ粗さ  $R_z$  が  $0.35 \mu\text{m}$  以下である必要があり、望ましくは  $0.30 \mu\text{m}$  以下、更に望ましくは、 $0.25 \mu\text{m}$  以下、理想的には  $0.20 \mu\text{m}$  以下であることが望ましい。ステンレス箔表面近傍に、破壊起点となるような酸化物等の介在物がない場合、き裂は曲げ方向に平行で箔面と垂直な断面を見た時の表面凹凸の谷部から発生する場合が多い。これは、曲げた時、曲げ半径  $R$  を形成するステンレス箔の表面の曲げ方向に最大応力（曲げ主応力）が発生し、ステンレス箔表面の曲げ主応力方向に同じ方向に測定した時の粗さ曲線における谷部があると、この箇所に応力の集中が起こるためである。また一度導入された微細き裂が、繰り返しの曲げの過程で主応力方向と垂直な方向に進展する時、その方向に谷部が連なっているとその谷部に沿ってき裂が進展する。本発明のステンレス箔で想定している繰り返し曲げの条件下では、曲げ方向と同じ方向に測定した粗さ曲線から求めた  $R_z$  が  $0.35 \mu\text{m}$  以上であるとき裂が特に進展しやすくなり、容易に長さ  $5 \text{mm}$  に達してしまう。

[0039] 粗さの代表的な指標としては、J I S B 0 6 0 1 ( 2 0 0 1 ) で定義する最大高さ粗さ  $R_z$  と、算術平均粗さ  $R_a$  とがある。最大高さ粗さ  $R_z$  と  $R_a$  とはある程度の相関はあるが、本発明のステンレス箔の繰返し曲げ条件下における耐久性は最大高さ粗さ  $R_z$  に強く相関する。また、繰返し曲げ耐久性は特に曲げ方向の  $R_z$  に強く依存し、その他の方向の  $R_z$  の相関性は小さくなる。曲げ方向以外の粗さは、発光電子素子と接着剤の密着強度が小さくなると曲げた領域で剥離が生じ、発光電子素子からの表示の不具合や破壊を引き起こすことから、一定程度の粗さはあった方がよい。特に曲げ方向と垂直方向の2次元的な凹凸は、箔内で折り目形成する稜線方向に進行するき裂の進展に対しての影響は小さく、ステンレス箔自体の曲げ耐久性への影響は小さいが、接着剤との接触面積を増やして接着剤剥離による発光パネル自体の耐久性には良い影響を及ぼす。

[0040] 本発明のステンレス箔では曲げ耐久性の観点から稜線とは直角の、1方向の粗さが重要である。 $R_z$  の下限は特に定めないが、工業的な観点での実現性、接着剤との密着強度確保の点から、 $R_z$  は  $0.05 \mu\text{m}$  以上が望ましい。このレベルに曲げ方向の  $R_z$  を低減させるとそれ以外の方向も小さくなり、アンカー効果による接着剤との密着強度を確保するのが困難であるからである。すなわち、本発明のステンレス箔はステンレス箔のあらゆる方向に強度と平滑さがよければ良いというわけではなく、ステンレス箔表面の  $R_z$  が  $0.35 \mu\text{m}$  以下であり、その  $R_z$  を測定する方向と同じ方向に、引張強度が  $1800 \text{MPa}$  以上である方向がステンレス箔面内に存在すればよい。このような考えに基づくことよって、本発明のステンレス箔が工業材料として現実的に製造可能となる。

[0041] 本発明のステンレス箔における  $R_z$  の測定は、J I S B 0 6 0 1 ( 2 0 0 1 ) 従って、触針法で測定した値を採用する。測定条件は、測定長さ  $1.25 \text{mm}$ 、カットオフ ( $\lambda_c$ )  $0.25 \text{mm}$ 、カットオフ ( $\lambda_s$ )  $0.0025 \text{mm}$ 、触針の走査速さ  $0.3 \text{mm/sec}$ 、測定荷重  $0.7 \text{mN}$  であり、測定子は半径  $2 \mu\text{m}$   $R$ 、先端開き角  $60^\circ$  円錐を使用した値を採用する。な

お、ステンレス箔の各面の異なる箇所でも5ヶ所以上計測し、その平均値を採用するものとする。また、ステンレス箔の両面で粗さに大きな差がある場合は、悪い方の側で計測した粗さを採用するものとする。

[0042] 本発明で更に好ましくは、前記厚さが0.05mm以下であり、かつ前記R<sub>z</sub>に対する最大谷深さR<sub>v</sub>の比(R<sub>v</sub>/R<sub>z</sub>)が0.6以下であり、かつ引張強度を測定した時の破断伸びが1%以上2%以下であるステンレス箔である。本発明のステンレス箔は、特に曲げ曲率が大きなRが5mm以下で繰り返し曲げを受けるような応用に適し、厚さ0.05mm以下に箔厚を落とす必要があるときに特に有効である。また材料の歩留まりを考えた時、圧延方向を曲げ方向として切り出して使用することが好ましい。箔の厚さが小さければ小さいほどR<sub>z</sub>の影響は大きくなるが、本発明のような高強度箔の場合、圧延方向のR<sub>z</sub>に特に影響するのはオイル痕である。オイル痕は圧延時にオイルが圧延方向と垂直方向に排出された時の痕であるから、凹部を形成する。したがって、圧延方向には最大高さ粗さをR<sub>z</sub>構成する最大谷深さR<sub>v</sub>が大きくなる傾向があるが、このR<sub>v</sub>の大きさが、曲げ耐久性に敏感であり、強度を確保しながらR<sub>v</sub>/R<sub>z</sub>は0.6以下することが望ましい。

[0043] また、本発明で問題とする低サイクル疲労の領域では、一般的に破断伸びが高いことが望ましいとされるが、本発明のステンレス箔は圧延方向に引張試験を行った時、破断伸び1%以上、2%以下の範囲にあることが望ましい。一般的に破断伸びが大きいステンレス箔は強度が小さいが、本発明の規定の強度を満たすような高強度のステンレス箔でも、破断伸びが2%を超えるものが存在する。このようなステンレス箔は降伏点が明瞭であり、それ以上の歪が加わると大きな塑性変形が生じ、曲げ癖が大きくなる。曲げ曲率に対し降伏強度が十分高ければ問題になることはないが、本発明のステンレス箔は箔厚に対して曲率が従来にない大きな条件で曲げ伸ばしが繰り返される応用を想定している。更に、曲げの曲率から見積もられる歪みの大きさが、引張試験における降伏歪みより小さい場合であっても、フォルダブルデバイスにおける繰り返し曲げは、それを越えることが想定される。フォルダブルデ

バイスのディスプレイは補強用金属箔と有機EL素子とこれらを貼り合わせる接着剤で構成されることが一般的であるが、金属箔以外の構成材料である素子や接着剤の剛性は小さく、金属箔は剛性を補うものとして利用される。ディスプレイの曲げ部は自由空間内で曲げられるようになることから、振動等によって瞬間的に大きな歪みが加わり静的な設計歪みを超えるこことも想定される。例えば上降伏点を持つようなステンレス箔の場合、降伏歪みを超える歪みが加わった場合、大きな塑性変形が起き、大きな曲げ癖が入る危険性がある。したがって、本発明のステンレス箔では、強度が同じであっても降伏点が明瞭で破断伸びが大きなものより、降伏点を超えても歪みに対して応力が大きく上昇するような材料が好ましく、破断伸びが2%以下の材料が良いことが分かった。ただし、1%未満の延性の乏しい材料は余り好ましくはない。

[0044] (本発明のステンレス箔の製造)

可撓性ステンレス箔において、本発明のステンレス箔に求める強度と粗さの規定を両立させることは従来困難であった。本発明のステンレス箔に規定する強度と粗さを両立させる有効な方策としては圧延通板速度、ワークロールの研削番手、パス回数、圧延後の張力熱処理条件のすべてを考慮する必要がある。

フォルダブルデバイス用ステンレス箔の形態はおおよそ四方形の形になる場合が多く、圧延ロール材から切り出して製品とする場合、実際は、圧延ロール材から四方形の形態の材料を切り出して製品とする場合、歩留まりの点から、本発明では、圧延(RD)方向とその垂直(TD)方向が四方形の4辺になるように切り出すものとする。

[0045] 曲げに対する箔の引張強度を高める方策としては、総圧延率を大きく取ることが挙げられる。また圧延後に300℃以上の熱処理を施すことで、ステンレス箔中の炭素や窒素が加工歪みによって形成された転位などの欠陥に再配列して耐力や引張強度を向上させ、繰り返し曲げに対して曲げ癖を抑制し、き裂長さが5mmに至るまでの曲げ回数を大きくすることができる。

[0046] 一方、引張強度を求めて強い圧延を施すと、オイル痕やワークロール研削目の転写が増大するといった粗さを悪化させる欠陥が増大する。

オイル痕は、主に圧延方向と垂直方向に谷部を発生させ、研削目の転写は主に圧延方向に凹凸を生じさせる。オイル痕や研削目の転写による凹凸形状は特に本発明のステンレス箔の耐久性に影響を及ぼす。よってこれらを抑制しながら、強度を得る必要がある。本発明に規定のステンレス箔の厚さ、強度、粗さを満たすことは特段の工夫が必要であるが、本発明のステンレス箔の粗さの規定は、2次元的な粗さを求めるわけではなく、曲げ方向に応じて、少なくとも特定の一方方向を特に低減すればよい。圧延方向を曲げ方向に取る場合はオイル痕の低減を主眼とするプロセスを取ればよい。

また、圧延方向と直角な方向を曲げ方向としたい場合は、研削目の転写を低減する方策を取ればよい。オイル痕を抑制するには圧延速度を低下することや1パス当たりの圧延率を高めることで、ロールバイトの油膜厚みを低減すればよい。圧延方向と直角方向の凹凸を抑制するには、ワークロールの研削番手を上げてワークロール粗度（算術平均粗さ $R_a$ ）の小さなロールとすればよく、研磨工程を追加しさらに粗度の小さなワークロールとしてもよい。また、研削目レス化のためにブラスト加工を施し、表面をディンプル構造としたワークロールも使用することができる。

[0047] 本発明のような加工誘起型マルテンサイトが発達した強度の高い複相構造を有するステンレス箔を製造する場合、圧延方向に平行な筋状の凹凸ができやすく、特に強度と平滑性を両立させるのが困難になる。しかし、本発明の可撓性ステンレス箔は、曲げ方向の粗さ（最大高さ粗さ $R_z$ ）を改善すれば良い。例えば圧延方向が曲げ方向に成るように材料を設計するならば、オイル痕による圧延方向と垂直な方向に連なる筋状の凹凸を減らすことを主眼として対策すれば良い。マルテンサイト相とオーステナイト相の複相組織から生じる曲げ方向以外の凹凸は、接着剤との密着強度を高めるのに利用できるから都合が良い。

[0048] 以下、上記の製造指針に基づいて本発明の可撓性ステンレス箔の製造方法

について説明する。

本発明のステンレス箔の製造は、特に板厚0.4 mm以下の箔圧延工程での製造上での制御が必要である。

箔圧延には板厚や粗さの制御、及び強度を含む機械特性の安定化のため多段圧延機での圧延が一般的である。特に圧延には12段以上の冷間圧延機が望ましい。引張強度を1800 MPa以上にするため、最終冷間圧延工程では総圧延率を45%以上とすることが必要である。ここで、総圧延率とは、最終冷間圧延工程の前後における鋼材の厚さの減少率(%)を意味する。

[0049] 総圧延率は次の式(A)で定義される。

$$\text{総圧延率 (\%)} = 100 - (\text{最終冷間圧延工程後の鋼材の厚さ}) / (\text{最終冷間圧延工程前の鋼材の厚さ}) \times 100 \quad (\text{A})$$

総圧延率はより好ましくは50%以上、さらに好ましくは55%以上である。総圧延率が45%未満になると引張強度1800 MPa以上を得ることが難しくなる。総圧延率の上限は特に設けないが、総圧延率を大きくとると一般的にパス数は増加しオイル痕が深くなることから総圧延率は80%以下とすることが好ましい。また、最終冷間圧延工程におけるパス数は4~10回とすることが好ましい。パス数が多くなると加工発熱の低減につながり、加工誘起マルテンサイトの相変態が促進される。その結果、引張強度は上昇する。一方で、オイル痕は深くなる。反対にパス数が少なすぎるとオイル痕の抑制には効果があるが、引張強度が十分に得られない場合がある。これを防止するためには、圧延速度を抑制する方策をとる。

[0050] オイル痕は最終冷間圧延工程における平均圧延速度によっても制御され、平滑表面を得るには全パスの平均圧延速度を210 mpm以下とすることが好ましい。より好ましくは150 mpm以下、さらに好ましくは100 mpm以下である。平均圧延速度が高すぎると圧延油のまき込みが増えオイル痕の形成を促進し、圧延方向に測定したときの表面粗さが大きくなる場合がある。

[0051] 最終冷間圧延工程における鋼材の表面粗さ、特にTD方向の粗さは、ワー

クロール圧延回転方向と垂直な粗さによっても制御される。鋼材表面粗さ  $R_z = 0.35 \mu\text{m}$  以下を得るには、ワークロールの圧延回転方向と垂直なワークロール粗度  $R_a$  は  $0.40 \mu\text{m}$  以下が好ましく、より好ましくは  $0.30 \mu\text{m}$  以下、さらに好ましくは  $0.10 \mu\text{m}$ 、理想的には  $0.08 \mu\text{m}$  以下である。ワークロール粗度が大きすぎると鋼材表面粗さ  $R_z$  も大きくなり、十分な曲げ耐久性が得られない場合がある。下限はワークロールの研削または研磨にかかる時間を短縮するため、ワークロール粗度  $R_a = 0.01 \mu\text{m}$  以上とすることが好ましい。

[0052] 熱処理工程は光輝焼鈍工程または低温熱処理工程を指し、後工程に冷間圧延を控える場合は光輝焼鈍処理を実施し、最終冷間圧延工程後の場合には低温熱処理を実施する。光輝焼鈍工程は材料を軟化させることが目的である。特徴としてアンモニア分解ガスのような水素を含む還元性雰囲気中で焼鈍することにより、酸化皮膜の生成を抑制し次工程の冷間圧延における表面疵を抑制することができる。光輝焼鈍工程における熱処理温度は  $900 \sim 1200^\circ\text{C}$  とすることが好ましい。熱処理温度が低すぎれば十分に鋼材の軟化が進行せず、冷間圧延のパス回数増加を招く。熱処理温度が高すぎれば粗大な結晶粒となり十分な耐久性が得られない場合がある。低温熱処理工程は上述のように炭素や窒素の格子欠陥への再配列による組織強化が目的である。本工程における熱処理温度は  $300 \sim 800^\circ\text{C}$  が好ましい。冷間加工後の熱処理は必須ではないが、熱処理温度が低すぎれば炭素や窒素が拡散し難くなり組織強化が十分に進行しない。また、本発明の好ましい破断伸び値より伸び値が大きくなる場合がある。反対に熱処理温度が高すぎれば高強度の要因であるマルテンサイト相が消失し、加工ひずみも開放されることから必要な引張強度を得られなくなる。

[0053] 本発明の可撓性ステンレス箔は、表面に面状の有機EL表示素子に代表される可撓性発光電子素子を貼り合わせられ、画面を折り畳んだり、ロール状に巻いて収納されるフォルダブルデバイスの発光電子素子の機械的強度、耐久性を増大させる補強材として使用される。現時点で有機EL表示素子を含

む可撓性発光デバイスの以外に本発明の規定する繰返し曲げに対する耐久性を要する補強材の用途は見当たらないが、同様な一方向の厳しい繰返し曲げに対する用途があれば、本発明の可撓性ステンレス箔は適用可能である。

## 実施例

[0054] 以下に、実施例を示しながら、本発明の可撓性ステンレス箔について、より具体的に説明する。なお、以下に示す実施例は、本発明の可撓性ステンレス箔のあくまでも一例に過ぎず、本発明の可撓性ステンレス箔は、以下に示す実施例に限定されるものではない。

[0055] (実施例1)

厚さ $30\mu\text{m}$ ～ $100\mu\text{m}$ のステンレス箔試料を製造して、繰返し曲げ試験による耐久性を調べた。製造したステンレス箔はフェライト系のSUS430（鋼種名430：Fe-17.0%Cr-0.07%C-0.4%Si-0.6%Mn-0.02%P-0.001%S）。オーステナイト系ステンレスSUS301（鋼種名301：Fe-17.0%Cr-6.5%Ni-0.12%C-0.06%N-0.5%Si-0.6%Mn-0.03%P-0.0008%S）。オーステナイト系NSSC130S（鋼種名130S：Fe-17.7%Cr-6.5%Ni-11.6%Mn-0.09%C-0.31%N-0.48%Si-0.022%P）である。

[0056] ステンレス箔試料は以下のように製造した。板厚 $300\sim 400\mu\text{m}$ のフェライト系およびオーステナイト系ステンレス箔を購入し、オーステナイト系ステンレス箔は冷間圧延工程および光輝焼鈍工程を1回ないし2回繰返しした。

光輝焼鈍工程は材料を軟化させることが目的で、アンモニア分解ガスのような水素を含む還元性雰囲気中で $900\text{℃}$ ～ $1200\text{℃}$ の温度で焼鈍した。

[0057] 最終冷間圧延工程で厚さ $30\mu\text{m}$ ～ $100\mu\text{m}$ とした。続いて洗浄工程および低温熱処理（TA）工程を経て評価用サンプルを製造した。

圧延には12段リバー式冷間圧延機を用いた。冷間圧延工程の総圧延率

を50%~87%とし、パス数は5~15回とした。全パスの平均圧延速度は、50~300mpmとした。使用したワークロールは、圧延回転方向と垂直なワークロール粗度Raを0.08以下に管理したものから、0.2μm以上、0.3μm未満に管理した3段階のものを準備した。

[0058] 最終冷間圧延後に低温熱処理(TA)を実施した。この工程はステンレス箔の長さ方向に張力(テンション)をかけて連続的に焼鈍(アニール)することからTAと略称する。TA工程における熱処理温度は350~900℃とし、一部低温熱処理を行わないで仕上げた試料の評価も実施した。

以上のようにして製造したステンレス箔に対し、様々な方向で引張試験、表面粗さ測定、繰り返し曲げ試験を施した。また、SUS301箔に対しては、EBSD(電子線後方散乱回折法)による組織評価を行った。

SUS301箔のEBSDによる組織評価では、ステンレス箔のマルテンサイト相の割合を求めた。化学研磨によって表面のひずみを除去したステンレス箔面に対し、FE-SEM(電界放射型電子顕微鏡)に敷設したEBSD解析装置で試料内の結晶相の同定を実施した。測定条件は倍率1500倍、測定領域60×120μm、測定間隔は0.08μmとした。測定は場所を変えて3視野について行なった。FE-SEMは、日立ハイテクノロジーズ社製SU70、EBSD装置は、TSLソリューションズ社製OIMを使用した。

[0059] 引張試験は上記のようにして製造したステンレス箔から長さ150mmのJIS13号B試験片に準じた形状の試験片を切り出し、標点間距離50mmの接触式歪み計をつけてクロスヘッドスピード50mm/min.の速さで実施した。試験方向は、圧延(RD)方向とその垂直(TD)方向のいずれかであり、繰り返し曲げ試験の試験方向と同じ方向とした。ロードセルで破断までの荷重をモニターして、最大の荷重を試験前の試料断面積で除した値を強度とした。また試料が破断した時の接触式歪み計で計測した伸び値を初期の計測長さ(標点距離)に対する割合をパーセントで表した値を破断伸びとした。強度と破断伸びは試験片5本を測定した値の平均とした。

- [0060] 粗さ測定は上記のようにして製造したステンレス箔表面を触針式表面粗さ測定器を使用して引張試験における引張方向と同じ方向で測定した。測定装置は、東京精密製触針式表面粗さ測定器（卓上除振台付）、型式：SURF COM130Aを使用し、JISB0601（2001）に従って評価した。測定条件は、測定長さ1.25mm、カットオフ（ $\lambda_c$ ）0.25mm、カットオフ（ $\lambda_s$ ）0.0025mm、触針の走査速さ0.3mm/sec、測定荷重0.7mNとした。測定子は先端半径2 $\mu$ m、開き角60°円錐を用いた。
- [0061] この粗さ測定では、一方向に測定した測定子の箔表面の凹凸に応じた変位プロファイルである輪郭曲線から粗さ曲線を求め、本発明のステンレス箔の粗さ指標である最大高さ粗さ（ $R_z$ ）や最大谷深さ（ $R_v$ ）が導出される。ステンレス箔表面の異なる箇所任意の5箇所を測定し、5点の平均値を測定値とした。本実施例で用いたステンレス箔の粗さは、両面で有意な差は認められなかったが、本実施例では悪い方の値を指標とした。
- [0062] 繰り返し曲げ試験の試料は、上記のようにして製造したステンレス箔から幅40mm×長さ100mmの大きさの試料を長さ方向がRD方向、またはTD方向のいずれかに合わせ、切り出して行った。繰り返し曲げ試験は、ユアシステム機器製、無負荷クラムシェル曲げ試験器、形式DR11MRを使用した。試料長さ100mmの方向を曲げ方向として、中央で180°曲げ閉じて、それを180°戻して開く動作を繰り返した。曲げ閉じた時のギャップを調整することにより、曲げ曲率を変えることができ、図4に示すように、ギャップを2Rとすることで、曲げ半径Rの曲げ部が形成される。繰り返し曲げの周期は1Hzとした。試験は繰り返し曲げ回数が100000回に達するまで行った。
- [0063] 100000回の繰り返し曲げが終わった時点で全くき裂が生成しなかった試料のき裂評価をA、1本でも5mm以上のき裂が生じたものをき裂評価D、最大き裂長さが3mm以上5mm未満のものをき裂評価C、き裂は認められるが最大き裂が3mm未満のものをき裂評価Bとした。特にき裂評価D

、き裂評価Cと判定される試料では複数のき裂が生じる場合があったが、本発明のステンレス箔が目的とする用途から最大き裂長さを判定基準とし、評価Dのものを不合格、それ以外のものを合格とした。評価を通じて、評価Bと判定された試料の殆どは1 mm未満であり、き裂長さが1 mmを超えると比較的早くき裂は進展した。

[0064] 100000回で完全に破断しなかった試料については、試験治具から試験片に大きな力が加わらないように外して、ステンレス箔に残留した自由開き角を計測した。ステンレス箔を寝かせると自重によって開き角が変わることから、ステンレス箔を平らな机の上に曲げ稜線が机の天板平面と垂直になるように立てて、真上から上端部にフォーカスを合わせてデジタルカメラで撮影し、その画像を用いてステンレス箔についた角度を計測した。曲げ癖が小さくステンレス箔が自立しない場合は、ステンレス箔の曲げ癖が変わらないようにして、ステンレス箔の両面から板を当てて計測を行った。ステンレス箔に曲げ癖が付かずに開き角180°に戻ったものをAとし、開き角175°以上180°未満のものをB、170°以上175°未満のものをCとし、開き角170°未満、すなわち10°以上の曲げ癖が付いたものをDとした。

[0065] 表1にステンレス箔の製造方法と評価結果をまとめたものを示した。

製造方法のパラメーターとして重要な総圧延率(%）、ワークロール粗度を表す算術平均粗さ $R_a$  ( $\mu\text{m}$ )、最終圧延工程のパス回数(回)、圧延速度( $\text{m}/\text{min.}$ )、低温熱処理工程後の焼鈍温度(TA温度: ( $^{\circ}\text{C}$ ))を示した。

[0066] 表1において、引張試験方向、粗さ測定方向に対する繰り返し曲げ試験における曲げ方向は、全て同じものを示した。測定方向が圧延方向であったものにRD、厚さ方向を軸としてその垂直方向であったものをTDと表記した。

また、EBSD測定は、面心立方構造を有するオーステナイト相と体心立方構造を有するマルテンサイト相の2つの相で構成されることを前提に測定、解析を行い、全測定点数に対するマルテンサイトと判定された点数、すな

わちマルテンサイト相の面積割合をM相割合（％）として提示した。M相割合は異なる場所での3か所の平均値を、小数点以下を四捨五入して求めた値である。

[0067] 本発明のステンレス箔は微小き裂、曲げ癖いずれの特性も耐久性として必要であることから、き裂評価、曲げ癖評価いずれかがD評価であるものは不合格となる。

[0068]

[表1]

表 1

| 試料番号 | スチルス箔  |         | 製造パラメータ  |                 |             |              |            |            | スチルス箔特性  |            |       |      |          |             | 繰返し曲げ評価条件 |      | 繰返し曲げ評価結果 |     | 備考 |
|------|--------|---------|----------|-----------------|-------------|--------------|------------|------------|----------|------------|-------|------|----------|-------------|-----------|------|-----------|-----|----|
|      | 鋼材品種   | 厚さ (μm) | 総圧延率 (%) | ワープロ-粗度 Ra (μm) | 最終圧延パス数 (回) | 平均圧延速度 (rpm) | TA 温度 (°C) | 引張強度 (MPa) | 破断伸び (%) | 粗さ Rz (μm) | Rv/Rz | 測定方向 | M相割合 (%) | 曲げ半径 R (mm) | R/t       | き裂評価 | 曲げ癖評価     |     |    |
| 1    | SUS430 | 40.0    | 87       | ≦0.10           | 7           | 300          | 650        | 1050       | 2.5      | 0.241      | 0.559 | RD   | -        | 3.95        | 98.8      | C    | D         | 比較例 |    |
| 2    | 130S   | 40.2    | 80       | ≦0.10           | 10          | 200          | 500        | 1850       | 1.9      | 0.343      | 0.549 | RD   | -        | 3.95        | 98.3      | B    | B         | 実施例 |    |
| 3    | SUS301 | 40.3    | 73       | ≦0.10           | 10          | 205          | 350        | 1845       | 1.4      | 0.341      | 0.529 | RD   | 67       | 3.95        | 98.0      | A    | B         | 実施例 |    |
| 4    | 130S   | 40.2    | 80       | ≦0.10           | 10          | 250          | 650        | 1950       | 2.1      | 0.380      | 0.602 | RD   | -        | 3.95        | 98.3      | D    | B         | 比較例 |    |
| 5    | SUS301 | 40.3    | 73       | ≦0.10           | 10          | 205          | 900        | 1510       | 12.3     | 0.341      | 0.552 | RD   | 26       | 3.95        | 98.0      | A    | D         | 比較例 |    |
| 6    | SUS301 | 40.3    | 73       | ≦0.10           | 10          | 205          | 800        | 1805       | 1.8      | 0.338      | 0.548 | RD   | 64       | 3.95        | 98.0      | B    | C         | 実施例 |    |
| 7    | SUS301 | 39.9    | 65       | ≦0.10           | 10          | 150          | -          | 1833       | 8.7      | 0.312      | 0.518 | RD   | 51       | 3.95        | 99.0      | B    | C         | 実施例 |    |
| 8    | SUS301 | 39.9    | 65       | ≦0.10           | 10          | 150          | 350        | 1852       | 1.4      | 0.314      | 0.529 | RD   | 67       | 3.95        | 99.0      | B    | B         | 実施例 |    |
| 9    | SUS301 | 40.0    | 73       | ≦0.10           | 8           | 150          | -          | 1969       | 1.3      | 0.333      | 0.522 | RD   | 69       | 3.95        | 98.8      | B    | A         | 実施例 |    |
| 10   | SUS301 | 40.0    | 73       | ≦0.10           | 10          | 150          | 700        | 1928       | 1.4      | 0.348      | 0.569 | RD   | 62       | 3.95        | 98.8      | C    | B         | 実施例 |    |
| 11   | SUS301 | 39.9    | 73       | ≦0.10           | 5           | 150          | 700        | 2032       | 1.2      | 0.298      | 0.504 | RD   | 72       | 3.95        | 99.0      | A    | A         | 実施例 |    |
| 12   | SUS301 | 100.0   | 67       | ≦0.10           | 6           | 150          | 650        | 1803       | 1.9      | 0.270      | 0.512 | TD   | 60       | 10.0        | 100.0     | B    | C         | 実施例 |    |
| 13   | SUS301 | 99.9    | 67       | 0.20~0.30       | 6           | 150          | 650        | 1820       | 2.0      | 0.810      | 0.426 | TD   | 60       | 10.0        | 100.1     | D    | C         | 比較例 |    |
| 14   | SUS301 | 99.9    | 70       | ≦0.10           | 6           | 150          | 650        | 1828       | 1.5      | 0.305      | 0.525 | RD   | 66       | 10.0        | 100.1     | A    | B         | 実施例 |    |
| 15   | SUS301 | 50.0    | 50       | 0.20~0.30       | 5           | 150          | 400        | 1853       | 1.5      | 0.301      | 0.535 | RD   | 64       | 5.00        | 100.0     | B    | B         | 実施例 |    |
| 16   | SUS301 | 49.9    | 50       | 0.20~0.30       | 12          | 150          | 400        | 1821       | 1.2      | 0.392      | 0.606 | RD   | 62       | 5.00        | 100.2     | D    | C         | 比較例 |    |
| 17   | SUS301 | 30.1    | 50       | ≦0.10           | 5           | 80           | 650        | 1910       | 1.3      | 0.281      | 0.532 | RD   | 65       | 2.25        | 74.8      | B    | A         | 実施例 |    |
| 18   | SUS301 | 29.9    | 50       | ≦0.10           | 5           | 50           | 650        | 2010       | 1.1      | 0.210      | 0.512 | RD   | 67       | 2.05        | 68.6      | A    | B         | 実施例 |    |
| 19   | SUS301 | 30.0    | 50       | ≦0.08           | 5           | 50           | 700        | 1955       | 1.2      | 0.188      | 0.524 | RD   | 68       | 1.50        | 50.0      | B    | B         | 実施例 |    |

[0069] 試料番号1～11は厚さ40 $\mu$ mのステンレス箔である。試料番号1の鋼材430はフェライト系ステンレス鋼で比較的安価であり、表面を平滑にし易い反面、他のステンレス箔に比較して総圧延率を上げてても強度が高くならなかった。鋼材130S、鋼材301はオーステナイト系のステンレス鋼である。鋼材130Sはオーステナイト相を主体とするステンレス箔であるが、鋼材301は、X線回折と電子線後方散乱回折法によって、マルテンサイト相を多く含むオーステナイト相との複合組織になっていることがわかった。強い冷間加工によってオーステナイト相がマルテンサイト変態したためである。これらのステンレス箔に対し曲げ半径4.0mmで繰り返し曲げ試験を行った。

[0070] 引張強度、及び最大粗さR<sub>z</sub>が本発明の材料条件を満たしている、試料番号2や試料番号3、試料番号6～11のステンレス箔は、フォイルダブルデバイスとしての耐久性の優れた本発明のステンレス箔である。一方、R<sub>z</sub>が試料番号2や試料番号3よりも小さく優れていた試料番号1の試料は、き裂が伸長し、曲げ癖も大きく、曲げ耐久性の点で劣り、本発明の基準を満たせなかった。フェライト相を主体とする鋼材430は、表面を平滑に仕上げやすい反面、十分な強度が得られなかったためである。

鋼材130Sや鋼材301は強度が得られる一方、鋼材430と違い、圧延速度を大きく落とさなければ、R<sub>z</sub>を小さくすることができなかった。圧延速度を落とし、平滑なロールを使用し、適正なパス回数とすることによって初めて試料番号2や試料番号3、試料番号6～11のような耐久性の高いステンレス箔が得られた。

[0071] 試料番号2はオーステナイト系ステンレス鋼であり、非磁性であることが特徴である。したがって非磁性が要求されるフォルダブルデバイス用補強ステンレス箔として有用である。曲げ癖も稜線での永久変形（曲げ癖）は殆ど見られなかった。一方、同じ鋼種でも試料番号4は強度が高いにもかかわらず、試料番号2よりも小さな曲げ回数でき裂が生じた。これは、曲げ方向の粗さが粗かったためである。最終圧延に使用したワークロールの粗度は同じ

であるが、圧延速さが大きいいためオイル跡が大きくなった結果、特に圧延方向の $R_z$ が大きくなり、更に最大谷深さ $R_v$ も大きくなった。試料番号4に対し、曲げ半径を5mmとして同じ条件で繰り返し曲げ試験を行うと、き裂評価結果がBとなり、 $R/t$ が125を超える条件では製造方法にそれほど気をつかわなくても100000回の耐久性を得ることができる。厳しい曲げ曲率で繰り返し曲げを行う場合、特に厚さが薄い箔では、板では問題にならないレベルでの $R_z$ と $R_v/R_z$ の影響が強くなる。

[0072] 鋼種が異なる301鋼材も $R_z$ 、 $R_v/R_z$ の繰り返し曲げ耐久性に対する影響は同様である。更に、301鋼材箔では製造条件の違いによる組織の影響も生じる。鋼材301の中でも試料番号5は、き裂が全く発生しなかったが、曲げ癖が著しく大きくなった。これは、TA温度が高すぎて軟化が起き、強度は低下したことにより、この試験での曲げ条件での曲げ歪みで降伏点を超え、大きな塑性変形が生じたためである。

[0073] 試料番号5、試料番号6は、試料番号1と同様延性が高く、本試験条件のような低サイクル疲労の領域では、破断伸びが大きいほど耐久性が優れると考えられているが、今回実施した試験によって、本発明のステンレス箔では破断伸びは、2%以下である方が好ましいことが分かった。試料番号5や試料番号6材料はまた試料内のマルテンサイト相(M相)の割合が小さい。これらの材料では圧延後のTA温度を高めたことで平衡相であるオーステナイト相に変態したためである。

[0074] 試料番号3に代表される本実施例で耐久性の優れる301鋼材箔のマルテンサイト相の割合は60%以上であり、EBSD解析の結果、箔面から見たマルテン組織はマルテンサイト相の中に島状のオーステナイト相が分布しているように見える。オーステナイト相の大きさはTD方向に20 $\mu$ m以下であったが、RD方向には伸長した形状を有していた。このような組織が強度、降伏強度を高め、更に繰り返し曲げで発生する極微細な疲労き裂の進展を妨げている。

[0075] 本発明の要件を満たした試料番号7~11の中でもフォルダブルデバイス

用補強ステンレス箔としての耐久性には差が生じた。

試料番号7と試料番号8は冷間圧延条件が同じであるが、試料番号7は、冷間圧延後に低温熱処理（TA）を行わずに仕上げたものであり、試料番号8は、TA温度350℃の熱処理を施して仕上げたものである。強度、粗さには大きな差は認められなかったが、マルテンサイト相の割合は試料番号7の方が低かった。これは総圧延率が小さかったためと考えられるが、350℃のTAを行うことによって、マルテンサイト相の比率が高まった。この結果、強度差は大きくないが引張試験で得られる応力-歪みは大きく異なり、試料番号7では明確な降伏を示し、破断伸びが大きくなった一方、試料番号8では明確な降伏を示さなくなり、破断伸びは小さくなった。降伏を示す歪みは、本試験におけるステンレス箔の厚さと曲率で見積もられる歪みより小さかったが、より動的な繰り返し曲げ試験では、曲げ稜線付近ではステンレス箔が拘束されていないため、振動によって局所的に歪が高まり、局所的な降伏が起き、これによって塑性変形が大きくなり、耐久性を落としたものと考えられる。本発明が想定しているフォルダブルデバイスにおいて、有機EL素子の剛性はステンレス箔に比較して小さい同じ状況が生じると想定される。同程度の高強度を有するステンレス箔でも、低サイクル疲労では破断伸びが高い方が望ましいとされる金属学的な考えとは異なり、加工マルテンサイト組織が発達して、破断伸びが小さく降伏点が明瞭でない試料番号8のような試料の方が好ましいことが分かった。

[0076] 試料番号9は、試料番号7と同様、冷間圧延後に低温熱処理（TA）を行わないで仕上げたSUS301であるが、総圧延率を高めることによって、低温熱処理を行わなくてもマルテンサイト比率を高めることができ、曲げ耐久性が比較的高いステンレス箔となった。

[0077] 試料番号10と試料番号11は冷延加工のパススケジュールが異なることで耐久性に差が出たことを示す結果である。試料10と試料番号11は最終冷間加工時のパス回数が異なる。試料番号10はパス回数を多くしたことから、オイル痕が大きくなりRz、特にRv大きくなった結果、RD方向の曲

げ感受性が高まり、曲げ耐久性のうち特にき裂が発生する頻度、進展速度が高まった。一方、試料番号11はパス回数を小さくした結果、強度が高く、かつ表面も平滑なステンレス箔になった結果、フォルダブルデバイスで求められる曲げ条件での耐久性が高まった。更にパス回数を減らすことを試みたが、圧延中の破断も増えてしまった。

[0078] 試料番号12と試料番号13、試料番号14は、厚さ約100 $\mu$ mの鋼材301箔である。X線回折とEBSD（電子線後方散乱回折法）によって、試料番号3と同様なマルテンサイト相を含むオーステナイト相との複合組織になっていることがわかった。マルテンサイト相の比率は試料番号3より小さかった。試料番号12と試料番号13を作製した圧延条件では、1800MPa以上の強度が得られたのは、圧延方向と直角の方向だけであった。試料番号12と試料番号13は圧延ロールの粗度（Ra）が異なり、ロールの粗度は特に圧延方向と垂直な方向の粗さに影響を与える。その結果、圧延方向と垂直な方向の耐久性が大きく異なる結果となった。試料13の方が試料番号12より強度が高いにも関わらず、Rzが基準値より大きいため試料番号13はき裂が伸長し耐久性に劣った。

[0079] 試料番号12はRD方向を始めTD方向以外の方向では強度基準を満たしていない方向があるが、TD方向において強度と粗さ条件を満たし、TD方向の100000回の繰り返し曲げに対して耐久性のある本発明のステンレス箔である。一方、ロール番手を大きくした試料13の箔は、TD方向の表面粗さが大きくなり、本発明の規定を満たさなくなった結果、特に破断寿命が低下した。

[0080] 試料番号14は、総圧延率を上げた結果、RD方向の強度も本発明を満たした箔である。試料12と比較すると圧延（RD）方向と面内に垂直な（TD）方向とでは、後者の方が強度を上げやすく破断伸びの大きな材料が得られるが、総圧延率を上げたことで、試料番号12や試料番号13のTD方向の強度と同等な強度がRD方向で得られた。強度と表面性状が同等であれば、曲げ耐久性はRD方向に曲げた時の方が良好であることがわかった。した

がって、フォルダブルデバイスに使用する場合は、曲げ方向がRD方向になるようにして使用することが好ましいことがわかった。この時、オイル痕による凹凸制御が重要であり、強度を満たすよう総圧延率やパス回数の特段の工夫が必要である。

[0081] 試料番号15と試料番号16は厚さ約50 $\mu$ mの鋼材301の箔である。X線回折とEBSD（電子線後方散乱回折法）によって、試料3と同様な組織構造を有し、マルテンサイト相を多く含むオーステナイト相との複合組織になっていることがわかった。試料番号15と試料番号16の製造方法の違いは圧延回数である。その結果、試料番号16のRzの値が大きく異なった。試料番号15のRzが試料番号16に比較して小さくなったのは、圧延回数を少なくすることによってオイル痕による凹凸が小さくなり、特に圧延方向に測定した時の凹凸が小さくなったためである。その結果、試料番号15のき裂評価結果は優れ、本発明のステンレス箔である。

[0082] ロールの粗度やパス回数による表面凹凸の制御は、それぞれ圧延（RD）方向とその垂直方向であるTD方向の凹凸を制御するのに有効である。逆にそれぞれこれら以外の方向の凹凸への影響は相対的に少ない。本発明のステンレス箔はフォルダブルデバイスにおいて、面状の発光電子素子を接着剤で張り付けて使用する補強材を想定していることから、面粗さが小さいと接着剤との密着力を確保し難くなる。曲げ方向の粗さを小さくして、他の方向の粗さは確保し接着性を確保する観点から、ロールの粗度やパス回数による一方向の表面凹凸の制御は有効である。

[0083] 試料番号17～19は厚さ30 $\mu$ mの本発明の実施する範囲で適した材料を製造して評価した例である。

曲げ方向の強度と最大粗さを両立させるように製造することで、曲げ半径が1.5mm～2.25mmの厳しい繰り返し曲げ条件に対しても耐久性の優れたステンレス箔を提供することが可能であることがわかった。ワークロール粗度がRaで0.1 $\mu$ m以下のワークロールを使用して、総圧延率を50%に落とした一方、圧延速度を80mpm以下にすることによって、冷間

加工時の加工発熱が抑制され、引張強度が1900MPa以上であり、その方向のRzが0.30μm以下であり、強度と粗さが両立したステンレス箔を製造することができた。これにより、R/tが75、展開角180°の厳しい条件で曲げ癖が小さく、100000回の耐久性を確保することができた。

更に、圧延速度を50mpmまで抑制し強度を確保する一方、最終圧延パス回数を5回にして、ワークロール粗度を0.1μm以下、更には0.08μm以下に追い込むことによって、Rzが0.25μm、更には0.20μm以下とすることができ、R/tが75、67、更には50での展開角180°の厳しい条件で100000回の耐久性を確保することができた。

[0084] 試料番号17~19は、特に多くのマルテンサイト相を含むオーステナイト相とマルテンサイト相からなるステンレス箔である。圧延方向に結晶粒が伸び、箔圧方向に粒径の小さなラメラ状の組織を有しているが、EBSDによって得た結果から、箔面方向からの相の分布をみるとマルテンサイト相中に島状にオーステナイト相が分散したような組織に見える。き裂が生じ始めたところで試験を止め、ステンレス箔の表面を研磨し観察すると共に、EBSDによって相を同定した結果、き裂は全体的には曲げの稜線方向に進展しているが、途中で進行方向が変わったり、2つに分岐したりする等、き裂の進展が妨げられ箇所の中には、オーステナイト相が観察された。また、き裂の通過した両側はマルテンサイト相であった。き裂がオーステナイト相をマルテンサイト相に変態させながら進行し、オーステナイト相はき裂の進展を妨げる作用があることがわかった。強い冷間加工の結果形成される強度の高いマルテンサイト相は厳しい繰り返し曲げ条件における曲げ癖を抑制することに必要な役割を果たすが、き裂の進展の抑制にはき裂の進行方向と直角な曲げ方向の粗さを低減することに加えて、マルテンサイト相と共存するオーステナイト相が存在することで、さらに効果があると考えられる。

[0085] 強度が高く、マルテンサイト相が多くを占めるステンレス箔の表面粗さを低減することは困難であるが、全体的な粗さの低減を求めずに、曲げ方向と

なる一方向の $R_z$ を下げる作り込みをした結果、本発明の目的である優れた曲げ耐久性を有するステンレス箔が実現できた。

以上、圧延速さを工業的に成り立つ条件で、本発明の要件である強度と表面性状を両立することは困難であったが、鋭意工夫された方針に基づいて、本実施例では、ワークロール粗度が $R_a$ で $0.3\mu\text{m}$ 以下のロールを使用して、総圧延率が50%以上、80%以下、パス回数が5回以上、10回以下、平均圧延速度が $205\text{m p m}$ 以下とし、冷延材として最終製品とするか、もしくは $T_A$ 温度が $700^\circ\text{C}$ 以下の条件で調質して仕上げることによって、本発明のステンレス箔を得ることができた。より好ましくは、ワークロール粗度が $R_a$ で $0.1\mu\text{m}$ 以下に管理されたロールを使用して、総圧延率が65%以上、80%以下、パス回数が5回以上、8回以下、平均圧延速度が $205\text{m p m}$ 以下、 $T_A$ 温度が $350^\circ\text{C}$ 以上、 $700^\circ\text{C}$ 以下にすればよいことが分かった。

## 請求の範囲

- [請求項1] 厚さが0.1 mm以下の圧延ステンレス箔であって、引張強度が1800 MPa以上であり、引張方向と同じ方向に測定した前記ステンレス箔表面の粗さ曲線から求めた最大高さ粗さR<sub>z</sub>が0.35 μm以下である可撓性ステンレス箔。
- [請求項2] 前記厚さが0.05 mm以下であり、かつ前記R<sub>z</sub>に対する最大谷深さR<sub>v</sub>の比(R<sub>v</sub>/R<sub>z</sub>)が0.6以下であり、かつ引張強度を測定した時の破断伸びが1%以上2%以下である請求項1に記載の可撓性ステンレス箔。
- [請求項3] 前記引張方向と同じ方向にR/t = 100 (Rは曲げ半径 (mm)、t (mm)は厚さ)を満たす値で180°曲げ、その後0°まで戻すことを繰り返した時、  
前記ステンレス箔の表面に長さ5 mm以上のき裂が発生するまでの繰り返し曲げ回数が100000回以上であり、  
曲げ癖が開き角で170°以上である、請求項1または請求項2に記載の可撓性ステンレス箔。
- [請求項4] 前記R<sub>z</sub>が0.30 μm以下であり、  
前記引張方向と同じ方向にR/t = 75を満たす値で180°曲げ、その後0°まで戻すことを繰り返した時、  
前記ステンレス箔の表面に長さ5 mm以上のき裂が発生するまでの繰り返し曲げ回数が100000回以上であり、  
除荷した時の曲げ癖が開き角で170°以上である、請求項1または請求項2に記載の可撓性ステンレス箔。
- [請求項5] 前記ステンレス箔の成分が、質量%で、C:0.15%以下、Si:1.00%以下、Mn:2.00%以下、P:0.045%以下、S:0.030%以下、Ni:6.00~8.00%、Cr:16.00~18.00%、N:0.20%以下を含み、マルテンサイト相を含む、請求項1から請求項4のいずれか1項に記載の可撓性ステン

レス箔。

[請求項6] 前記ステンレス箔の断面のマルテンサイト相の面積割合が50%以上である請求項1から請求項5のいずれか1項に記載の可撓性ステンレス箔。

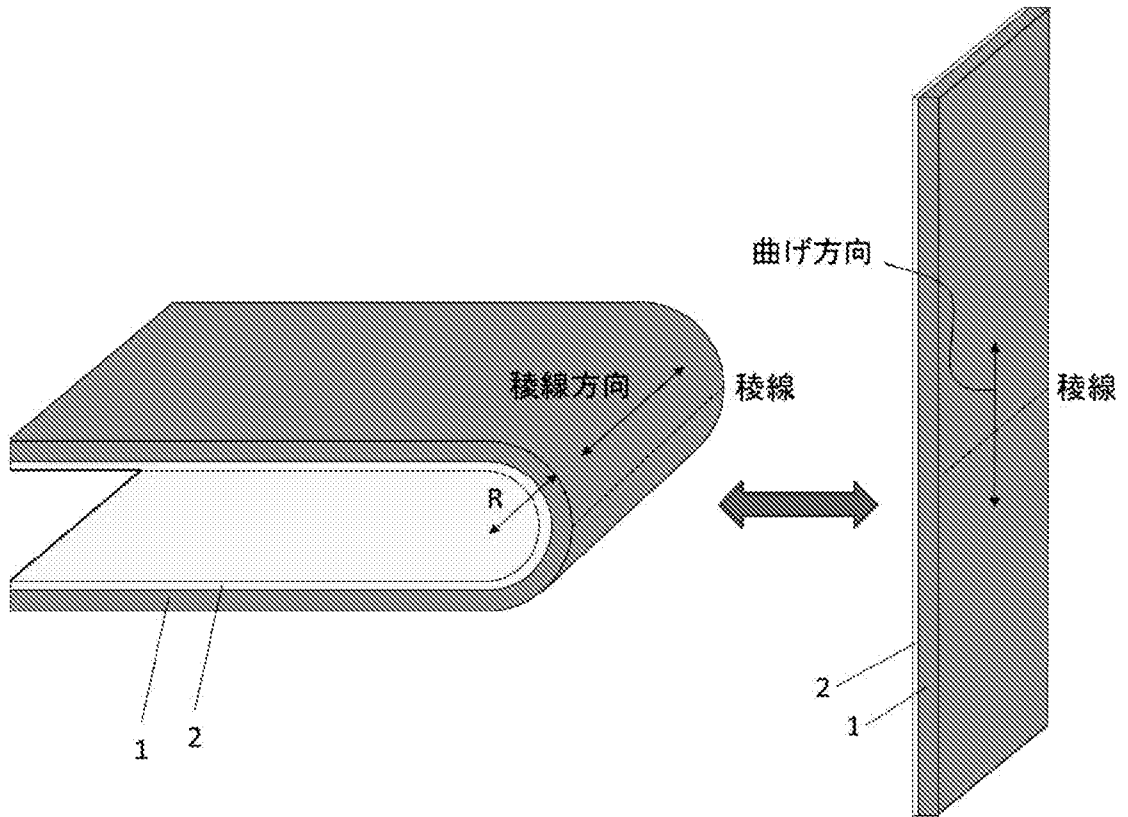
[請求項7] 前記ステンレス箔の表面に面状の可撓性発光電子素子を貼り合わせて有する、請求項1～請求項6のいずれか1項に記載の可撓性ステンレス箔。

[請求項8] 前記可撓性発光電子素子が有機EL表示素子である、請求項7に記載の可撓性ステンレス箔。

[請求項9] 請求項1～6のいずれか1項に記載の可撓性ステンレス箔および面状の可撓性発光電子素子を含む可撓性発光デバイス。

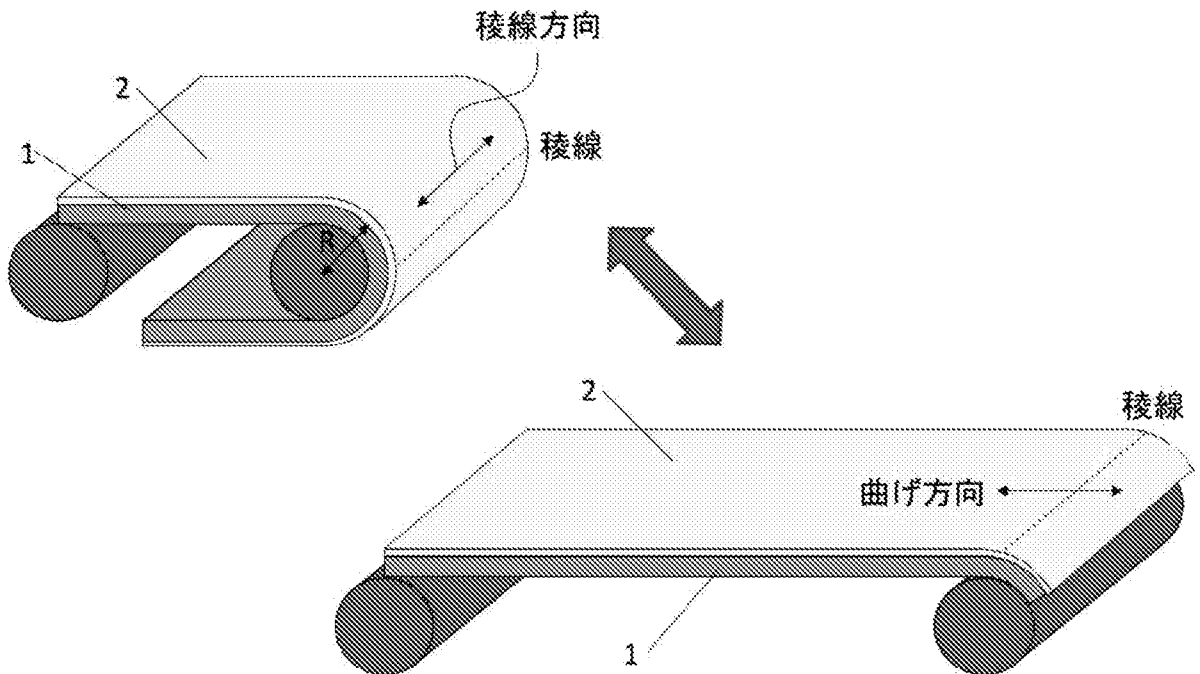
[図1]

図1



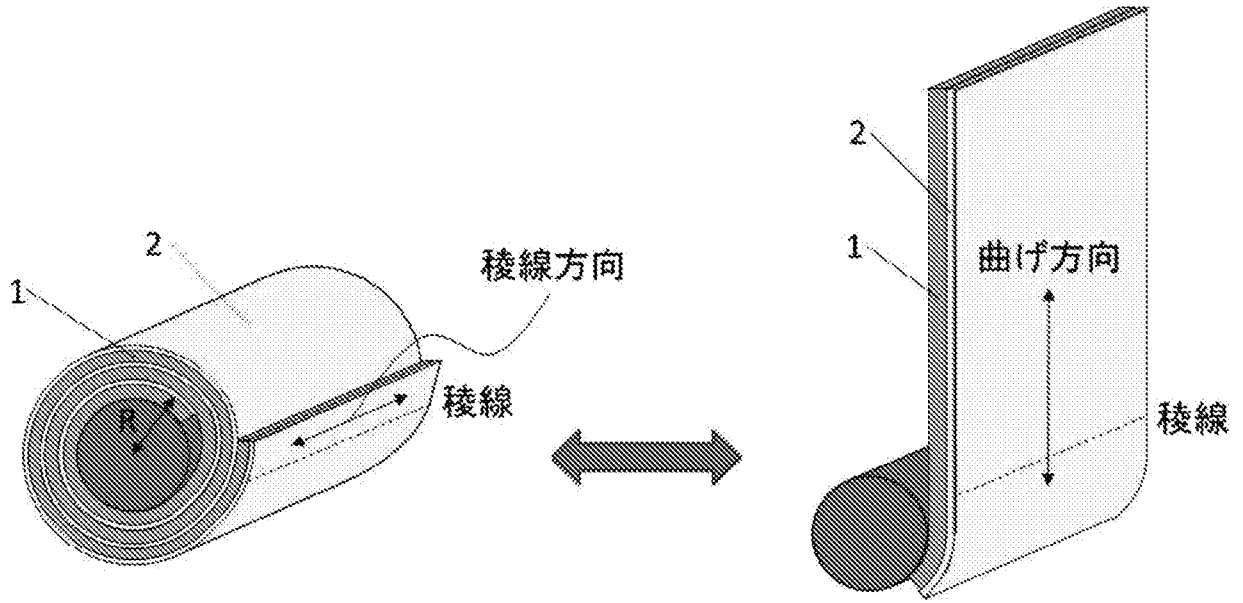
[図2]

図2



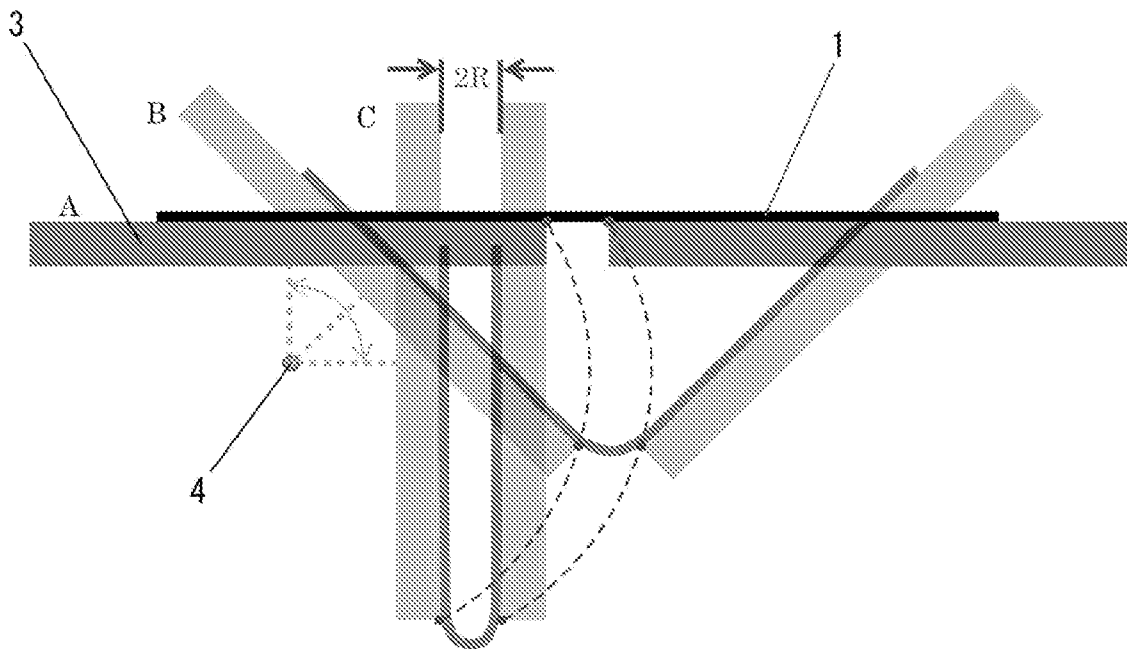
[図3]

図3



[図4]

図4



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2022/016116

| <b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b>   |  |   |
|--|--|---|
| <i>C21D 9/46</i> (2006.01)i; <i>C22C 38/00</i> (2006.01)i; <i>C22C 38/58</i> (2006.01)i; <i>C22C 38/60</i> (2006.01)i<br>FI: C22C38/00 302Z; C21D9/46 Q; C22C38/58; C22C38/60  |  |   |
| According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC  |  |   |
| <b>B. FIELDS SEARCHED</b>  |  |   |
| Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)<br>C21D9/46; C22C38/00; C22C38/58; C22C38/60   |  |   |
| Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched<br>Published examined utility model applications of Japan 1922-1996<br>Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2022<br>Registered utility model specifications of Japan 1996-2022<br>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)   |  |   |
| <b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>  |  |   |
| Category*  | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages                 | Relevant to claim No.   |
| A  | WO 2017/030148 A1 (NIPPON STEEL & SUMIKIN MAT CO) 23 February 2017 (2017-02-23)<br>entire text     | 1-9   |
| A  | WO 2017/154981 A1 (HITACHI METALS LTD) 14 September 2017 (2017-09-14)<br>entire text, all drawings | 1-9   |
| <input 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:<br>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance<br>"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date<br>"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)<br>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means<br>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed<br>"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<br>"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<br>"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<br>"&" document member of the same patent family |  |   |
| Date of the actual completion of the international search<br><b>07 June 2022</b>   |  | Date of mailing of the international search report<br><b>14 June 2022</b> |
| Name and mailing address of the ISA/JP<br><b>Japan Patent Office (ISA/JP)<br/>3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915<br/>Japan</b>   |  | Authorized officer<br><br>Telephone No.                                   |

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
**Information on patent family members**

|   |
|---|
| International application No.<br><b>PCT/JP2022/016116</b> |
|---|

| Patent document cited in search report |             |    | Publication date (day/month/year) | Patent family member(s)                         | Publication date (day/month/year) |
|--|-------------|----|-----------------------------------|---|-----------------------------------|
| WO                                     | 2017/030148 | A1 | 23 February 2017                  | US 2018/0229476 A1<br>entire text               |                                   |
|  |             |    |                                   | EP 3339461 A1                                   |                                   |
|  |             |    |                                   | CN 107002203 A                                  |                                   |
|  |             |    |                                   | KR 10-2017-0095291 A                            |                                   |
| <hr/>                                  |             |    |                                   |   |                                   |
| WO                                     | 2017/154981 | A1 | 14 September 2017                 | US 2019/0071758 A1<br>entire text, all drawings |                                   |
|  |             |    |                                   | EP 3428298 A1                                   |                                   |
|  |             |    |                                   | KR 10-2018-0104013 A                            |                                   |
|  |             |    |                                   | CN 108713067 A                                  |                                   |
| <hr/>                                  |             |    |                                   |   |                                   |

|   |   |                |           |              |             |              |             |              |             |              |
|---|---|----------------|-----------|--------------|-------------|--------------|-------------|--------------|-------------|--------------|
| <p>A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））<br/>                 C21D 9/46(2006.01)i; C22C 38/00(2006.01)i; C22C 38/58(2006.01)i; C22C 38/60(2006.01)i<br/>                 FI: C22C38/00 302Z; C21D9/46 Q; C22C38/58; C22C38/60</p>   |   |                |           |              |             |              |             |              |             |              |
| <p>B. 調査を行った分野</p>  |   |                |           |              |             |              |             |              |             |              |
| <p>調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））<br/>                 C21D9/46; C22C38/00; C22C38/58; C22C38/60</p>  |   |                |           |              |             |              |             |              |             |              |
| <p>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</p> <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922 - 1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971 - 2022年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996 - 2022年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994 - 2022年</td> </tr> </table> |   |                | 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 |
| 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  |                |           |              |             |              |             |              |             |              |
| <p>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）</p>   |   |                |           |              |             |              |             |              |             |              |
| <p>C. 関連すると認められる文献</p>  |   |                |           |              |             |              |             |              |             |              |
| 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 |           |              |             |              |             |              |             |              |
| A   | WO 2017/030148 A1（新日鉄住金マテリアルズ株式会社）23.02.2017（2017-02-23）<br>全文  | 1-9            |           |              |             |              |             |              |             |              |
| A   | WO 2017/154981 A1（日立金属株式会社）14.09.2017（2017-09-14）<br>全文、全図  | 1-9            |           |              |             |              |             |              |             |              |
| <p><input 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。</p>  |   |                |           |              |             |              |             |              |             |              |
| <p>* 引用文献のカテゴリー</p> <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“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）</p> <p>“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献</p> <p>“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</p>                      | <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“&amp;” 同一パテントファミリー文献</p> |                |           |              |             |              |             |              |             |              |
| <p>国際調査を完了した日</p> <p>07.06.2022</p>   | <p>国際調査報告の発送日</p> <p>14.06.2022</p>   |                |           |              |             |              |             |              |             |              |
| <p>名称及びあて先</p> <p>日本国特許庁(ISA/JP)<br/>〒100-8915<br/>日本国<br/>東京都千代田区霞が関三丁目4番3号</p>  | <p>権限のある職員（特許庁審査官）</p> <p>川村 裕二 4K 3349</p> <p>電話番号 03-3581-1101 内線 3435</p>  |                |           |              |             |              |             |              |             |              |

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/JP2022/016116

| 引用文献  |             |    | 公表日        | パテントファミリー文献 |                 |    | 公表日 |
|-------|-------------|----|------------|-------------|-----------------|----|-----|
| WO    | 2017/030148 | A1 | 23.02.2017 | US          | 2018/0229476    | A1 |     |
|       |             |    |            | 全文          |                 |    |     |
|       |             |    |            | EP          | 3339461         | A1 |     |
|       |             |    |            | CN          | 107002203       | A  |     |
|       |             |    |            | KR          | 10-2017-0095291 | A  |     |
| ----- |             |    |            |             |                 |    |     |
| WO    | 2017/154981 | A1 | 14.09.2017 | US          | 2019/0071758    | A1 |     |
|       |             |    |            | 全文、全図       |                 |    |     |
|       |             |    |            | EP          | 3428298         | A1 |     |
|       |             |    |            | KR          | 10-2018-0104013 | A  |     |
|       |             |    |            | CN          | 108713067       | A  |     |
| ----- |             |    |            |             |                 |    |     |