



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0091247  
(43) 공개일자 2025년06월20일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
H01F 27/245 (2006.01) C21D 8/12 (2006.01)  
C21D 9/46 (2006.01) C22C 38/02 (2006.01)  
C22C 38/60 (2006.01) C23G 1/08 (2006.01)  
H01F 1/147 (2006.01) H01F 1/18 (2006.01)  
H01F 3/02 (2006.01) H01F 41/02 (2006.01)  
(52) CPC특허분류  
H01F 27/245 (2013.01)  
C21D 8/1222 (2013.01)  
(21) 출원번호 10-2025-7015835  
(22) 출원일자(국제) 2023년11월22일  
심사청구일자 2025년05월14일  
(85) 번역문제출일자 2025년05월14일  
(86) 국제출원번호 PCT/JP2023/042040  
(87) 국제공개번호 WO 2024/111638  
국제공개일자 2024년05월30일  
(30) 우선권주장  
JP-P-2022-186166 2022년11월22일 일본(JP)

(71) 출원인  
닛폰세이테츠 가부시키가이샤  
일본 도쿄도 치요다구 마루노우찌 2조메 6방 1고  
(72) 발명자  
다카하시 마사루  
일본 1008071 도쿄도 치요다구 마루노우찌 2조메 6방 1고 닛폰세이테츠 가부시키가이샤 내  
야스다 마사토  
일본 1008071 도쿄도 치요다구 마루노우찌 2조메 6방 1고 닛폰세이테츠 가부시키가이샤 내  
(뒷면에 계속)  
(74) 대리인  
양영준, 최인호, 성재동

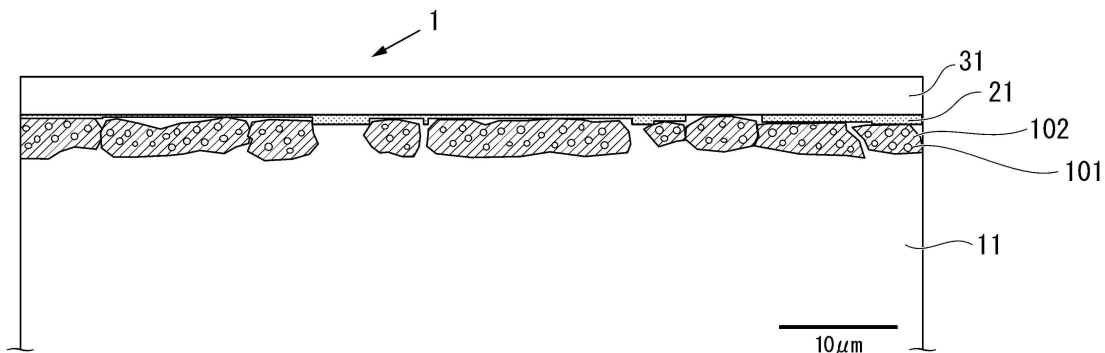
전체 청구항 수 : 총 4 항

(54) 발명의 명칭 방향성 전자 강판 및 그 제조 방법

(57) 요약

이 방향성 전자 강판은, 규소 강판과, 상기 규소 강판의 표면에 형성된, Mg, Al 및 Si의 1종 이상의 산화물로 이루어지는 산화물층과, 상기 산화물층의 표면에 형성된 절연 피막층을 갖고, 상기 규소 강판의, 상기 규소 강판과 상기 산화물층의 계면으로부터 판 두께 방향으로 5 $\mu$ m의 범위에, 원 상당 직경이 0.1 내지 3.0 $\mu$ m인 Mg, Al, Si의 1종 이상의 산화물이, 0.010 내지 0.200개/ $\mu$ m<sup>2</sup>의 밀도로 존재하고 상기 규소 강판의 표면측에, 편평 결정립이 존재하고, 상기 판 두께 방향의 단면에 있어서, 상기 규소 강판과 상기 산화물층의 상기 계면의 길이에 차지하는, 상기 편평 결정립의 입계의 길이가 50% 이상이고, 상기 규소 강판의 상기 표면에 압연 방향에 대하여 80 내지 100°의 각도를 이루는 방향으로 연장되는 직선상의 열변형이, 상기 압연 방향에 대하여 1.0 내지 20.0mm의 간격으로, 복수 형성되어 있다.

대표도



(52) CPC특허분류

*C21D 8/1233* (2013.01)

*C21D 8/1261* (2013.01)

*C21D 8/1272* (2013.01)

*C22C 38/02* (2013.01)

*C23G 1/08* (2013.01)

*H01F 1/147* (2013.01)

*H01F 1/18* (2013.01)

*H01F 3/02* (2013.01)

*H01F 41/0213* (2013.01)

(72) 발명자

**모리시게 노부사토**

일본 1008071 도쿄도 치요다쿠 마루노우치 2초메

6방 1고 닛폰세이테츠 가부시카이가이사 내

**와다 나오키**

일본 1008071 도쿄도 치요다쿠 마루노우치 2초메

6방 1고 닛폰세이테츠 가부시카이가이사 내

**이와키 마사타카**

일본 1008071 도쿄도 치요다쿠 마루노우치 2초메

6방 1고 닛폰세이테츠 가부시카이가이사 내

**모기 히사시**

일본 1008071 도쿄도 치요다쿠 마루노우치 2초메

6방 1고 닛폰세이테츠 가부시카이가이사 내

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

규소 강판과,

상기 규소 강판의 표면에 형성된, Mg, Al 및 Si의 1종 이상의 산화물로 이루어지는 산화물층과,

상기 산화물층의 표면에 형성된 절연 피막층

을 갖고,

상기 규소 강판의, 상기 규소 강판과 상기 산화물층의 계면으로부터 판 두께 방향으로  $5\mu\text{m}$ 의 범위에, 원 상당 직경이 0.1 내지  $3.0\mu\text{m}$ 인 Mg, Al, Si의 1종 이상의 산화물이, 0.010 내지  $0.200\text{개}/\mu\text{m}^2$ 의 밀도로 존재하고,

상기 규소 강판의 표면층에, 상기 표면에 수직인 방향의 평균 두께가 0.5 내지  $5.0\mu\text{m}$ , 상기 평균 두께에 대한 상기 표면에 평행한 방향의 입자 폭의 비인 애스펙트비가 1.5 이상, 또한 결정 방위의 Goss 방위로부터의 어긋남이  $10^\circ$  이상인, 편평 결정립이 존재하고,

상기 판 두께 방향의 단면에 있어서, 상기 규소 강판과 상기 산화물층의 상기 계면의 길이에 차지하는, 상기 편평 결정립의 입계의 길이가 50% 이상이고,

상기 규소 강판의 상기 표면에 압연 방향에 대하여 80 내지  $100^\circ$ 의 각도를 이루는 방향으로 연장되는 직선상의 열변형이, 상기 압연 방향에 대하여 1.0 내지 20.0mm의 간격으로, 복수 형성되어 있는,

것을 특징으로 하는 방향성 전자 강판.

#### 청구항 2

제1항에 있어서,

상기 편평 결정립의 상기 평균 두께의 평균이 0.5 내지  $2.0\mu\text{m}$ 인,

것을 특징으로 하는 방향성 전자 강판.

#### 청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 계면을 구성하는 상기 편평 결정립의 표면에 있어서, 상기 산화물층의 피복률이 50% 이상인,

것을 특징으로 하는 방향성 전자 강판.

#### 청구항 4

슬래브를, 가열해서 열간 압연하여 열연판으로 하는 열간 압연 공정과,

상기 열간 압연 공정 후의 상기 열연판을 어닐링하는 열연판 어닐링 공정과,

상기 열연판 어닐링 공정 후의 상기 열연판을, 산세하는 산세 공정과,

상기 산세 공정 후의 상기 열연판을, 냉간 압연하여 냉연판으로 하는 냉간 압연 공정과,

상기 냉간 압연 공정 후의 상기 냉연판의 표면을 연삭하는 연삭 공정과,

상기 연삭 공정 후의 상기 냉연판을, pH4.0 내지 10.0의 수성액에 접촉시키는 접촉 공정과,

상기 접촉 공정 후의 상기 냉연판에, 탈탄 어닐링을 행하는 탈탄 어닐링 공정과,

상기 탈탄 어닐링 공정 후의 상기 냉연판에 어닐링 분리제를 도포한 후, 마무리 어닐링하고, 모재 강판이 되는 상기 냉연판의 표면에 Mg, Al 및 Si의 1종 이상의 산화물로 이루어지는 산화물층을 형성하는 마무리 어닐링 공

정과,

상기 마무리 어닐링 공정 후의 상기 산화물층의 표면에, 절연 피막층을 형성하고, 상기 규소 강판, 상기 산화물층 및 상기 절연 피막층을 구비하는 방향성 전자 강판을 얻는, 절연 피막 형성 공정과,

상기 절연 피막 형성 공정 후의 상기 방향성 전자 강판의 표면에, 레이저, 전자 빔 또는 플라스마를 조사하고, 상기 규소 강판의 표면에, 압연 방향에 대하여 80 내지 100°의 각도를 이루는 방향으로 연장되는, 직선상의 열변형을, 상기 압연 방향의 간격이 각각 1.0 내지 20.0mm가 되도록 복수 형성하는, 자구 제어 공정을

을 구비하고,

상기 연삭 공정에서는, 누프 경도가 1000 이상인 지립 혹은 상기 지립이 고정된 연마지, 물, 또는 브러시를 사용해서, 상기 냉연판의 연삭량이 적어도 한쪽의 표면에 있어서, 0.10 내지 3.00g/m<sup>2</sup>가 되도록 연삭을 행하는,

것을 특징으로 하는 방향성 전자 강판의 제조 방법.

## 발명의 설명

### 기술 분야

[0001] 본 발명은 방향성 전자 강판 및 그 제조 방법에 관한 것이다.

[0002] 본원은, 2022년 11월 22일에, 일본에 출원된 특허 출원 제2022-186166호에 기초하여 우선권을 주장하고, 그 내용을 여기에 원용한다.

### 배경 기술

[0003] 방향성 전자 강판은 연자성 재료이고, 주로 변압기의 철심 재료로서 사용된다. 방향성 전자 강판은, 예를 들어 Si를 2.00 내지 6.00% 함유하여 제품의 결정 방위를 {110}<001> 방위에 고도로 집적시킨 강판이다. 그 자기 특성으로서, B8값으로 대표되는 자속 밀도가 높은 것, 및 W17/50으로 대표되는 철손이 낮은 것이 요구된다. 특히, 최근에는 에너지 절약의 관점에서 변압기의 전력 손실의 저감에 대한 요구가 높아지고 있으며, 방향성 전자 강판의 철손 저감의 요구는 높아지고 있다.

[0004] 철손은, 크게 구별하면, 히스테리시스손 및 와전류손의 2개의 손실 성분으로 나눌 수 있다. 또한, 와전류손은 고전적 와전류손 및 이상 와전류손으로 나눌 수 있다.

[0005] 예를 들어, 고전적 와전류손을 저감하기 위해서는, 방향성 전자 강판의 전기 저항을 높이는 방법, 모재 강판이 되는 규소 강판의 두께를 얇게 하는 방법이 알려져 있다.

[0006] 그러나, 이들 방법에서는 생산성이 저하되므로 바람직하지 않는 데다가, 이들의 대응만으로는 충분한 철손 개선 효과는 얻어지지 않는다.

[0007] 히스테리시스손을 저감하기 위해서는, 자속 밀도를 높이는 것이 중요하고, 냉간 압연이나 인히비터의 제어에 의해, 강판 중의 결정 방위를 Goss 방위가 가까운 방위로 제어하는 것이 유효하다.

[0008] 예를 들어, 특허문헌 1에는 탈탄 어닐링으로 실리카가 풍부한 산화층을 형성함으로써, 인히비터의 분해, 소실이 억제되고, Goss 방위에 가까운 결정 방위를 갖는 결정립(이하 Goss 방위 입자라고 기재함)의 재결정을 안정적으로 발생시킬 수 있다는 취지가 기재되어 있다.

[0009] 상기의 방법에 의하면, 자속 밀도가 향상되지만, 재결정하는 Goss 방위 입자의 수가 적어지기 때문에, 강판의 단위 면적당의 Goss 방위 입자의 수가 적어진다. 즉, Goss 방위 입자 1개당의 결정 입경이 보다 커지고, 결과적으로 Goss 방위 입자 내에 형성하는, 방향성 전자 강판의 자기 특성에 기여하는 180° 자구의 자구 폭(이하 자구 폭이라고 기재함)이 커진다. 이 경우, 자속 밀도 향상에 의해 히스테리시스손이 저감되어도, 자구 폭의 증가에 의해 이상 와전류손이 증대되므로, 결과적으로 철손은 상쇄되어 자속 밀도의 향상에 걸맞은 철손 저감 효과는 얻어지지 않는 것이 염려된다.

[0010] 그 때문에 자속 밀도 향상에 의한 히스테리시스손 저감의 효과를 누린 채, 자구 폭을 작게 하고, 이상 와전류손을 저감하는 방법이 제안되어 있다. 상용적인 방법으로서 방향성 전자 강판 표면의 압연 방향으로 주기적으로 열변형을 부여하는 방법이 있고, 이들에는 상용적으로 레이저나 전자 빔 등의 고에너지원이 사용된다.

[0011] 그 일례로서 특허문헌 2에는 방향성 전자 강판의 표면에, 집광한 연속파 레이저광을, 상기 방향성 전자 강판의

압연 방향으로부터 경사진 방향으로 주사하면서 조사하는 공정과, 상기 연속과 레이저광을 주사하는 부분을 소정의 간격으로 어긋나게 하면서 반복하는 공정을 갖고, 상기 연속과 레이저광의 평균 파워를  $P(W)$ , 상기 주사의 속도를  $Vc(mm/s)$ , 상기 소정의 간격을  $PL(mm)$ 로 나타내고, 평균 조사 에너지 밀도  $Ua$ 를  $Ua=P/(Vc \times PL)(mJ/mm^2)$ 로 정의했을 때,  $1.0mm \leq PL \leq 3.0mm$  및  $0.8mJ/mm^2 \leq Ua \leq 2.0mJ/mm^2$ 를 충족시키는, 레이저광의 조사에 의해 자구가 제어된 방향성 전자 강관의 제조 방법이 개시되어 있다.

[0012] 특허문헌 2에서는, 용이하게, 또한 높은 생산성을 확보하면서, 방향성 전자 강관의 압연 방향 및 폭 방향의 양 방향에 있어서의 철손을 저감할 수 있는 것이 개시되어 있다.

[0013] 또한, 특허문헌 3에는 연속 발진 레이저 빔의 주사 조사에 의해, 강관의 압연 방향에 대하여 대개 수직이고, 또한 대략 일정 간격으로 선상의 환류 자구를 형성하여 철손 특성을 개선한 방향성 전자 강관의 제조 방법이 개시되어 있다.

[0014] 특허문헌 3에서는 레이저가, 빔 전반 방향에 수직인 단면 내의 레이저광 강도 분포가 광축 중심 근방에 최대 강도를 갖는 TEM00 모드이고, 조사 빔의 압연 방향 집광 직경  $d[mm]$ , 레이저 빔의 주사선 속도  $V[mm/s]$ , 레이저의 평균 출력  $P[W]$ 가,  $0 < d \leq 0.2$ ,  $0.001 \leq P/V \leq 0.012$ 의 범위임으로써, 철손이 저감된 방향성 전자 강관이 얻어지는 것이 개시되어 있다.

[0015] 철손을 저감하기 위해서는, 상술한 자속 밀도 기술의 향상과, 아울러 자구 제어 기술의 향상이 요구되고 있다. 그러나, 근년 고자속 밀도화 기술의 진전에 비해, 자구 제어 기술의 진전이 따라가지 못해, 고자속 밀도화에 걸맞은 철손 저감의 실현이 충분히 달성되지 않았다는 문제가 있었다.

## 선행기술문헌

### 특허문헌

[0016] (특허문헌 0001) 일본 특허 공개 소62-151522호 공보

(특허문헌 0002) 일본 특허 제4669565호 공보

(특허문헌 0003) 일본 특허 제4510757호 공보

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

[0017] 상술한 바와 같이, 자속 밀도의 향상, 또한 그 향상값에 걸맞은 철손 저감 효과를 얻는 것은 검토되고 있지만, 근년 점점 높아져 오고 있는 요구에 대해서는 충분하다고는 할 수 없었다. 주로 적철심에 적합한 레이저나 전자선, 플라스마 등을 방향성 전자 강관에 조사하여 의도적으로 열변형을 부여하고, 자구 폭을 작게 하여 철손을 저감한 소위 열변형 부여형 자구 제어재(이하 단순히 자구 제어재라고 칭함)에 대해서도 충분하지 않고, 철손 저감의 여지에 대해서 연구가 이루어지고 있다.

[0018] 그 때문에, 본 발명은 자구 제어재에 있어서 우수한 자기 특성, 즉 높은 자속 밀도와 그 자속 밀도에 걸맞은 낮은 철손을 갖는 방향성 전자 강관 및 그 제조 방법을 제공하는 것을 과제로 한다.

### 과제의 해결 수단

[0019] 본 발명자들은, 주로 적철심 적용에 적합한 방향성 전자 강관의 자구 제어재의 자기 특성의 개선, 즉 자속 밀도의 향상 및 철손 저감에 대해서 검토를 행하였다. 그 결과, 방향성 전자 강관이 구비하는 규소 강관(모재 강관)의 표면층에 있어서, 편평 또한 결정 방위가 Goss 방위( $\{110\} \langle 001 \rangle$  방위)로부터의 어긋남각이  $10^\circ$  이상인 결정립(이하 「편평 결정립」)을 형성시킴으로써, 에너지적으로  $180^\circ$  자구 폭을 작은 상태로 제어할 수 있기 때문에, 종래와 마찬가지로의 열변형 부여를 행한 경우에도 종래보다도 와전류손을 저감할 수 있고, 결과적으로 철손을 보다 저감할 수 있는 것을 알 수 있었다.

[0020] 또한, 본 발명자들은 제조 조건의 영향에 대해서 검토를 행하였다. 그 결과, 이하에 점에 대해서 지견을 얻었다.

- [0021] 즉, 방향성 전자 강판에 있어서 고도의 자기 특성을 발현시키는 Goss 방위는, 그 제조 공정의 마무리 어닐링 공정에 있어서, 인히비터라고 불리는 AlN이나 MnS 등을 결정립계에 석출물로서 존재시키고, 그 석출물의 피닝 효과를 활용한, 「2차 재결정」이라고 불리는 이상 입성장 현상에 의해 고도로 집적된다. 강판 내에 Goss 방위의 집적이 종료, 즉 강판 면 내가 거의 Goss 방위 입자로 덮인 후, 역할을 종료한 인히비터는 마무리 어닐링 공정의 후반의 승온에 의해 분해, 산화되어 강판 내로부터 제거된다. 즉, 강판 내에 Goss 방위가 충분히 집적되기 전에 인히비터의 분해·산화가 발생하는 것은 바람직하지 않다. 또한, 인히비터에 대해서 보다 고온까지 분해·산화를 억제함으로써, 보다 고도로 Goss 방위를 집적시키는, 즉 보다 이상 Goss 방위에 가까운 결정을 집적시키는 것이 가능하다. 그 때문에 인히비터의 역할을 하는 석출물의 내열성을 높이는 수법이 사용된다.
- [0022] 본 발명자들은 인히비터의 내열성을 높이는 수법으로서, 방향성 전자 강판의 제조에 있어서 통상 행해지는 탈탄 어닐링 공정에 있어서, 이후의 마무리 어닐링 시에 인히비터의 분해·산화를 억제할 수 있는 산화물을 강판 표면에 존재시키는 것이 유효한 것을 알아냈다. 또한, 상기한 인히비터의 분해·산화를 억제할 수 있는 산화물을 마무리 어닐링 전의 탈탄 어닐링 공정을 이용하여 강판 표면에 존재시킴으로써, 편평 결정립을 강판 표면 산화물과 강판의 계면 부근에 생성시킬 수 있는 것을 알아냈다.
- [0023] 또한, 본 발명자들은 자기 특성 개선을 위해 보다 바람직한 편평 결정립을 생성시키기 위해서는, 탈탄 어닐링 공정에 있어서 산화물 입자를 모재 강판이 되는 냉연판의 표면층에 의해 밀하게 두껍고 또한 균일하게 형성시키는 것이 유효한 것, 산화물 입자를 밀하게 두껍고 또한 균일하게 형성시키기 위해서는 탈탄 어닐링 공정 전에, 탈탄 어닐링 시에 강판 표면의 균일한 산화를 저해하는 강판의 표면과의 반응물을 제거하기 위해, 소정의 조건에서 냉연판을 연삭하는 것이 유효한 것을 알아냈다.
- [0024] 또한, 방향성 전자 강판은 레이저나 전자선, 플라스마 등을 조사하여 의도적으로 열변형을 부여하여 자구 제어가 실시되는 경우가 있지만, 상기의 방향성 전자 강판은 자구 제어를 실시하기 전에 있어서 자구 폭이 작으므로, 그들의 기술과 조합함으로써, 상승 효과에 의해, 또한 우수한 자기 특성, 즉 높은 자속 밀도 및 철손 저감이 도모되는 것을 알아냈다.
- [0025] 본 발명은 상기의 지견에 감안하여 이루어졌다. 본 발명의 요지는 이하와 같다.
- [0026] [1] 본 발명의 일 양태에 관한 방향성 전자 강판은, 규소 강판과, 상기 규소 강판의 표면에 형성된, Mg, Al 및 Si의 1종 이상의 산화물로 이루어지는 산화물층과, 상기 산화물층의 표면에 형성된 절연 피막층을 갖고, 상기 규소 강판의, 상기 규소 강판과 상기 산화물층의 계면으로부터 판 두께 방향으로 5 $\mu$ m의 범위에, 원 상당 직경이 0.1 내지 3.0 $\mu$ m인 Mg, Al, Si의 1종 이상의 산화물이, 0.010 내지 0.200개/ $\mu$ m<sup>2</sup>의 밀도로 존재하고, 상기 규소 강판의 표면층에, 상기 표면에 수직인 방향의 평균 두께가 0.5 내지 5.0 $\mu$ m, 상기 평균 두께에 대한 상기 표면에 평행한 방향의 입자 폭의 비인 애스펙트비가 1.5 이상, 또한 결정 방위의 Goss 방위로부터의 어긋남이 10° 이상인, 편평 결정립이 존재하고, 상기 판 두께 방향의 단면에 있어서, 상기 규소 강판과 상기 산화물층의 상기 계면의 길이에 차지하는, 상기 편평 결정립의 입계의 길이가 50% 이상이고, 상기 규소 강판의 상기 표면에 압연 방향에 대하여 80 내지 100°의 각도를 이루는 방향으로 연장되는 직선상의 열변형이, 상기 압연 방향에 대하여 1.0 내지 20.0mm의 간격으로, 복수 형성되어 있다.
- [0027] [2] [1]에 기재된 방향성 전자 강판은, 상기 편평 결정립의 상기 평균 두께의 평균이 0.5 내지 2.0 $\mu$ m여도 된다.
- [0028] [3] [1] 또는 [2]에 기재된 방향성 전자 강판은, 상기 계면을 구성하는 상기 편평 결정립의 표면에 있어서, 상기 산화물층의 피복률이 50% 이상이어도 된다.
- [0029] [4] 본 발명의 다른 형태에 관한 방향성 전자 강판의 제조 방법은, 슬래브를, 가열해서 열간 압연하여 열연판으로 하는 열간 압연 공정과, 상기 열간 압연 공정 후의 상기 열연판을 어닐링하는 열연판 어닐링 공정과, 상기 열연판 어닐링 공정 후의 상기 열연판을, 산세하는 산세 공정과, 상기 산세 공정 후의 상기 열연판을, 냉간 압연하여 냉연판으로 하는 냉간 압연 공정과, 상기 냉간 압연 공정 후의 상기 냉연판의 표면을 연삭하는 연삭 공정과, 상기 연삭 공정 후의 상기 냉연판을, pH4.0 내지 10.0의 수성액에 접촉시키는 접촉 공정과, 상기 접촉 공정 후의 상기 냉연판에, 탈탄 어닐링을 행하는 탈탄 어닐링 공정과, 상기 탈탄 어닐링 공정 후의 상기 냉연판에 어닐링 분리제를 도포한 후, 마무리 어닐링하고, 모재 강판이 되는 상기 냉연판의 표면에 Mg, Al 및 Si의 1종 이상의 산화물로 이루어지는 산화물층을 형성하는 마무리 어닐링 공정과, 상기 마무리 어닐링 공정 후의 상기 산화물층의 표면에, 절연 피막층을 형성하고, 상기 규소 강판, 상기 산화물층 및 상기 절연 피막층을 구비하는 방향성 전자 강판을 얻는, 절연 피막 형성 공정과, 상기 절연 피막 형성 공정 후의 상기 방향성 전자 강판의 표면에, 레이저, 전자 빔 또는 플라스마를 조사하고, 상기 규소 강판의 표면에, 압연 방향에 대하여 80 내지 100

°의 각도를 이루는 방향으로 연장되는, 직선상의 열변형을, 상기 압연 방향의 간격이 각각 1.0 내지 20.0mm가 되도록 복수 형성하는, 자구 제어 공정을 구비하고, 상기 연삭 공정에서는, 누프 경도가 1000 이상인 지립 혹은 상기 지립이 고정된 연마지, 롤, 또는 브러시를 사용해서, 상기 냉연판의 연삭량이 적어도 한쪽의 표면에 있어서, 0.10 내지 3.00g/m<sup>2</sup>가 되도록 연삭을 행한다.

### 발명의 효과

[0030] 본 발명의 상기 양태에 의하면, 우수한 자기 특성을 갖는 방향성 전자 강판 및 그 제조 방법을 제공할 수 있다.

### 도면의 간단한 설명

[0031] 도 1은 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판의 단면의 모식도이다.

도 2는 결정립의 평균 두께, 애스펙트비를 측정하는 방법을 설명하는 도면이다.

도 3은 편평 결정립에 있어서의, 산화물층의 피복률의 측정 방법을 설명하는 도면이다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0032] 이하, 본 발명의 일 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판(본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판) 및 그 제조 방법에 대해서 설명한다.

[0033] <방향성 전자 강판>

[0034] 도 1에 도시하는 바와 같이, 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판(1)은 규소 강판(11)(이하 모재 강판 또는 단순히 강판이라고 하는 경우가 있음)과, 상기 규소 강판(11)의 표면에 형성된 Mg, Al 및 Si의 1종 이상의 산화물로 이루어지는 산화물층(21)과, 상기 산화물층(21)의 표면에 형성된 절연 피막층(31)을 갖는다.

[0035] 산화물층(21) 및 절연 피막층(31)은 강판의 편면에만 형성되어 있어도 되지만, 양면에 형성되어 있는 편이 절연 성 등의 관점에서 바람직하다. 이하 각각에 대해서 설명한다.

[0036] [규소 강판]

[0037] (규소 강판과 산화물층의 계면으로부터 판 두께 방향으로 5 $\mu$ m의 범위에, 원 상당 직경으로 0.1 내지 3.0 $\mu$ m의 Mg, Al, Si의 1종 이상의 산화물이, 0.010 내지 0.200개/ $\mu$ m<sup>2</sup>의 밀도로 존재함)

[0038] 방향성 전자 강판에서는, 마무리 어닐링 시에 인히비터(AIN 등의 결정립계에 존재하는 석출물)의 분해, 산화를 억제하여 고온까지 존재시킴으로써, 2차 재결정 시에 고도로 Goss 방위를 집적시키는, 즉 보다 이상 Goss 방위에 가까운 결정을 집적시키는 것이 가능해져 자속 밀도가 향상되므로, 철손 저감을 도모할 수 있다.

[0039] 인히비터가 되는 석출물의 사이즈는 원 상당 직경으로 수10nm 내지 약 100nm로 매우 작다. 또한 그 사이즈에는 분포가 있다. 사이즈에 분포가 있는 경우, 사이즈가 작은 인히비터는 저온으로 분해·산화가 완료되고, 인히비터로서 효과가 실현된다. 그 경우, 이상 Goss 방위에 의해 가까운 Goss 방위의 2차 재결정이 곤란해져, 자속 밀도를 향상시키는 것이 어렵다. 한편, 인히비터의 사이즈 분포를 일정하게(사이즈의 차가 적어지도록) 제어하면 상기 과제는 해소되지만 공업적으로는 매우 곤란하다.

[0040] 이에 반해, 인히비터의 사이즈 분포가 발생한 상태에서도 무엇인가의 방법으로 분해·산화를 억제하여 인히비터를 고온까지 존재시킬 수 있으면, 이상 Goss 방위에 보다 가까운 결정립의 2차 재결정을 발생시킬 수 있다. 또한, 인히비터의 분해·산화의 억제에는 내열성이 높은 인히비터를 사용하는 방법이 있다. 한편 인히비터의 성분 등에 변경을 가하지 않고 달성하는 방법으로서 탈탄 어닐링 공정에서 강판 표면 혹은 표면 부근의 강 중에 형성되는 Si의 산화물 입자(이하 Si계 프리 산화물이라고 칭함)가 기여하는 것이 알려져 있다. 그 기구는 추측되는데, 인히비터의 산화는 마무리 어닐링 분위기에 포함되는 미량의 산소가 강판 표면에서 AIN 등을 산화시킴으로써 발생하지만, 상기의 Si계 프리 산화물이 그 산화를 방지·경감하기 때문이라고 생각된다.

[0041] 그러나, 이 Si계 프리 산화물은 규소 강판의 표면의 각 부위에서 형성 상태가 불균일해지기 쉽다. 형성 상태가 불균일하면, 강판 면 내의 장소에 따라서 인히비터의 분해·산화의 억제 효과에 변동이 발생하여, 목적하는 효과가 충분히 얻어지지 않는다.

[0042] 본 발명자들은, 표면의 각 부위에서 마무리 어닐링 후의 산화물층의 형성 상태가 불균일해지는 원인을 조사하였다. 그 결과, 탈탄 어닐링 전의 규소 강판(냉연판)의 표면에는 Fe계 산화물이나, 냉간 압연 시에 사용되는 압

연유에 포함되는 유성제 혹은 극압 첨가제 등과 강판의 표면 금속의 반응물이, 강판 표면에 불균일하게 존재하고 있어, 이들 Fe계 산화물이나 반응물이, 탈탄 어닐링 시에 강판 표면에 있어서의 Si계 프리 산화물이 표면으로부터 일정한 두께 영역에 밀하게 두껍고 또한 균일하게 형성되는 것을 저해하고 있는 것을 알아냈다.

[0043] 본 발명자들은, 냉간 압연 시에 상기한 Fe계 산화막이나 반응물을 균일하게 하는 것은 곤란하기 때문에, 그들 Si계 프리 산화물의 형성 저해 인자를 무해화하는 검토를 행하였다. 그 결과, 후술하는 바와 같이, 탈탄 어닐링 공정 전의 냉연판의 표면(적어도 한쪽 면)을, 지립, 혹은 지립이 고정된 연마지, 롤, 또는 브러시를 사용해서, 일정하게 연삭하여 청정한 금속면을 노출시키고 그 직후에 수성액에 접촉시킴으로써, 강판의 표면으로부터 Si계 프리 산화물의 형성 저해 인자가 되는 Fe계 산화물이나 반응물을 제거할 수 있어, 탈탄 어닐링 공정 후에 Si계 프리 산화물을 강판의 표면으로부터 일정한 두께의 영역에, 균일하게 형성할 수 있는 것을 알아냈다. 그 때문에, 이들의 지견에 기초하여, 레이저나 전자 빔, 플라스마 등의 조사에 의한 자구 제어제에 있어서 그 최적화를 행하였다.

[0044] 상기의 지견에 기초하여, 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판(1)에서는, 규소 강판(11)과 산화물층(21)의 계면으로부터 판 두께 방향으로  $5\mu\text{m}$ 의 범위에, 원 상당 직경이  $0.1$  내지  $3.0\mu\text{m}$ 인 Mg, Al, Si의 1종 이상의 산화물(산화물 입자(101))이  $0.010$  내지  $0.200\text{개}/\mu\text{m}^2$ 의 밀도로 존재한다. 이 산화물은 Mg, Al, Si의 1종 이상의 산화물(복합 산화물을 포함함)이면 되지만, 후술하는 제조 조건을 전제로 한 경우에는, 스피넬( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ), 알루미나( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), 멀라이트( $2\text{SiO}_2 \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 등의 Mg, Al 및 Si를 포함하는 산화물인 경우가 많다.

[0045] 산화물의 개수 밀도가 너무 작으면, 산화물층의 강판에 대한 밀착성이 나빠지고, 후술하는 편평 결정립의 형성이 불균일해진다. 한편, 개수 밀도가 너무 크면 강판의 금속 부분이 차지하는 부분이 적어지기 때문에 자속 밀도가 저하된다. 또한, 편평 결정립의 비율도 상대적으로 작아지므로 철손 저감의 효과가 얻어지기 어렵다.

[0046] 탈탄 어닐링 후에 Si계 프리 산화물이 소정의 영역에 균일하게 형성됨으로써, 마무리 어닐링에 있어서 인히비터 분해·산화의 억제 효과에 대해서, 강판 면 내에서의 변동이 저감되고, 방향성 전자 강판에 있어서, 자속 밀도가 향상된다. 또한, 적절하게 편평 결정립을 형성시킴으로써  $180^\circ$  자구 폭이 작아져, 자구 제어제로 한 경우에도 높은 자속 밀도에 상응하고, 보다 철손 저감 효과가 얻어진다.

[0047] (규소 강판의 표면측에, 표면에 수직인 방향의 평균 두께가  $0.5$  내지  $5.0\mu\text{m}$ , 평균 두께에 대한 표면에 평행한 방향의 입자 폭의 비인 애스펙트비가  $1.5$  이상, 또한 결정 방위의 Goss 방위로부터의 어긋남이  $10^\circ$  이상인, 편평 결정립이 존재함)

[0048] (판 두께 방향의 단면에 있어서, 규소 강판과 산화물층의 계면의 길이에 차지하는, 편평 결정립의 입계의 길이가  $50\%$  이상임)

[0049] 상술한 바와 같이, 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판에서는, 주로 탈탄 어닐링 공정 등을 이용하여 규소 강판(모재 강판)의 표층부(표면으로부터  $5\mu\text{m}$ 의 범위)에 Si계 프리 산화물을 균일하게 형성시킴으로써, 마무리 어닐링 시에 인히비터의 분해, 산화를 억제하여 고온까지 존재시킨다. 이 경우, 고도로 Goss 방위를 집적, 즉 보다 이상 Goss 방위에 가까운 결정을 집적시키는 것이 가능해져 결과적으로 자속 밀도가 향상된다. 즉 철손 저감을 도모할 수 있다.

[0050] 한편, 보다 고온에서 2차 재결정을 발생시킨다는 것은, 보다 이상 Goss 방위에 가까운 결정립만 2차 재결정이 발생한다는 것이다. 이 경우, 2차 재결정하는 Goss 방위 입자의 수가 적어지기 때문에, 강판의 단위 면적당의 Goss 방위 입자의 수가 적어진다. 즉, Goss 방위 입자 1개당의 결정 입경이 보다 커진다.

[0051] 방향성 전자 강판에 요구되는 철손은, 그 내역으로서 히스테리시스손과 와전류손으로 나뉜다. 히스테리시스손은 자속 밀도의 향상에 의해 저감된다. 한편 와전류손은 판 두께의 감소, 강판의 비저항 상승에 의해 저감되는 고전적 와전류손과, Goss 방위 입자 내에 형성하는 자구 폭이 작아짐으로써 저감되는 이상 와전류손이 있다. 고전적 와전류손 저감에 있어서의 판 두께의 감소 및 강판의 비저항 상승은 생산성에 영향을 미치는 경우가 많으므로, 이상 와전류손의 저감 즉 자구 폭을 작게 하는 것은 중요하다. 자구 폭은 일반적으로 Goss 방위의 결정 입경과 상관 관계에 있다. 일반적으로는 결정 입경의 직경 축소화에 의해 방향성 전자 강판 내에 생성되는 소위  $180^\circ$  자구의 자구 폭도 함께 작아진다.

[0052] 즉, 상기의 산화물의 제어에 의해 자속 밀도가 향상되지만, 결정 입경의 조대화에 의해 이상 와전류손이 증대되고, 자속 밀도의 향상에 걸맞은 철손 저감 효과는 얻어지지 않는 것이 염려된다. 그것은 레이저, 전자 빔, 플

라스마 등의 조사에 의해 제작되는 자구 제어재에 있어서도 마찬가지이다.

- [0053] 그래서, 본 발명자들은 자속 밀도 향상에 걸맞은 철손 저감 방법, 즉 이상 Goss 방위 결정립의 존재 빈도를 높인 후에 또한 자구 제어를 전제로 한 경우의 이상 와전류손의 저감 방법, 즉 자구 폭을 작게 하는 방법에 대해서 검토를 행하였다. 그 결과, 상기와 같이 보다 고온에서 2차 재결정을 발생시키고, 보다 이상 Goss 방위에 가까운 결정립만 2차 재결정을 발생시키고, 그 결정 입경이 큰 경우에 있어서도, 그 강판의 표면에, 편평 또한 Goss 방위로부터의 어긋남각이  $10^\circ$  이상의 결정립(편평 결정립)이 존재하게 함으로써, 에너지적으로  $180^\circ$  자구 폭을 작은 상태로 제어할 수 있어, 와전류손 증가를 억제할 수 있는 것을 알 수 있었다. 이 효과는 레이저, 전자 빔, 플라스마 등의 조사에 의해 제작되는 자구 제어재에 있어서도 그 효과를 발휘한다. 구체적으로는, 도 1과 같이 모재 강판(규소 강판)(11)의 표면측에, 표면에 수직인 방향의 평균 두께가 0.5 내지  $5.0\mu\text{m}$ , 평균 두께에 대한 표면에 평행한 방향의 입자 폭의 비인 애스펙트비가 1.5 이상, 또한 결정 방위의 Goss 방위로부터의 어긋남이  $10^\circ$  이상인, 편평 결정립(102)이 존재하는(편평 결정립이 규소 강판의 최표층을 구성하는 입자로서 존재하는) 경우에 자구 제어 전에서도 와전류손이 저감되고, 자구 제어 후에도 그 효과를 누릴 수 있는 것을 알 수 있었다.
- [0054] 평균 두께가  $0.5\mu\text{m}$  미만, 애스펙트비가 1.5 미만 또는 Goss 방위로부터의 어긋남이  $10^\circ$  미만인 결정립에서는, 자구 폭을 작게 하는 효과를 충분히 얻을 수 없어, 철손이 충분히 저감될 수 없다.
- [0055] 한편, 이 결정립은 Goss 방위로부터의 어긋남이 있으므로, 결정립의 평균 두께가  $5.0\mu\text{m}$ 를 초과하면, 전체의 자기 특성의 열화, 즉 자속 밀도가 저감되어 철손이 증가한다.
- [0056] 편평 결정립의 평균 두께의 평균은, 애당초 자구 폭을 작게 할 수 있는 레이저, 전자 빔, 플라스마 조사 등에 의한 열변형 부여 하에 있어서 자구 폭을 작게 하는 효과를 충분히 얻는 점에서, 0.5 내지  $2.0\mu\text{m}$ 인 것이 바람직하다.
- [0057] 또한, 상기의 자구 세분화 효과를 충분히 얻기 위해, 판 두께 방향의 단면에 있어서, 모재 강판과 산화물층의 계면의 길이에 차지하는, 편평 결정립의 입계의 길이가 50% 이상이다.
- [0058] 계면을 구성하는 편평 결정립의 비율이 작으면, 자구 폭을 작게 하는 효과는 불충분하기 때문에 철손 저감에 충분한 효과를 얻을 수 없다.
- [0059] 방향성 전자 강판의 제조 방법에서는, 마무리 어닐링 시에, 강판의 판 두께 방향 내부에 있는 미소한 Goss 방위 입자가 주위의 Goss 방위 이외의 방위를 갖는 결정립을 잠식하면서 성장함으로써, 판 두께 방향 내부로부터 판 두께 표면에 걸쳐서 또한 압연 방향, 폭 방향에 대하여 Goss 방위 입자(규소 강판의 길이 방향이 <100> 방향이고 면 방향은 <110> 방향인 결정립)의 비율이 증가한다.
- [0060] 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판에서는, 강판의 표층부에 이산적으로 산화물이 존재함으로써, 판 두께 내부에 존재하는 Goss 방위 입자의 입성장 시에, 강판 표층부에 미소한 편평상의 결정립이 Goss 방위 입자에 대하여 잠식되지 않고 잔존함으로써, 결과적으로 편평상의 입자로서 확인되는 「편평 결정립」이 형성된다고 생각된다.
- [0061] 규소 강판의 표층부(계면으로부터  $5\mu\text{m}$ 의 범위)에 존재하는 결정립의 평균 두께, 애스펙트비, 결정 방위의 어긋남은, 이하의 방법으로 측정할 수 있다.
- [0062] 강판으로부터, 압연 방향(RD 방향)에 평행한 면이 단면으로서 얻어지도록, 예를 들어 한 번이 20mm인 정사각형 정도의 시료를 잘라내고, 그 단면을 경면이 되도록 연마한다. 또한 연마에 의한 변형이 강판에 부여되어 있는 상태에서는, 결정 방위의 측정이 곤란해지므로, 연마의 최종 공정에서는 콜로이달 실리카 등의 연마재를 사용해서 변형이 생기지 않도록 연마 시료를 제작한다. 당해 연마 시료를 사용해서 FE-SEM에 의해 단면 형상을 관찰하고, 그 후 EBSD 측정에 의해 결정 방위의 측정을 행한다. FE-SEM에 관해서는 「SU-70」(히타치 하이테크사제)이 예로서 사용되고, EBSD 측정에 관해서는 TSL 솔루션즈사제 「Digiview」가 예로서 사용된다. 구체적인 수법으로서는 이하를 예로서 들 수 있다. FE-SEM에서 단면에 대해서 500배의 배율로, 모재 강판, 산화물층, 절연 피막층이 포함되는 범위를 관찰하고, 전자 현미경상을 얻는다. 전자 현미경상에 있어서의 전자 밀도의 차로부터 후술하는 절연 피막층과 산화물층의 계면 및 산화물층과 강판의 계면을 특정한다. 상기의 계면의 특정 시에, FE-SEM에 원소 분석 장치(EDS)가 부착되어 있는 경우에는, P, B, O, Fe 등, 절연 피막층, 산화물층, 규소 강판에 포함되는 원소종의 차이로, 보다 정밀하게 계면을 특정하는 것이 가능하다.
- [0063] 계속해서 동일한 시야의 단면에 대해서 EBSD에 의해 강판의 결정 방위의 측정을 행한다. 구체적으로는 편평 결

정립이 100개 이상 포함된다고 상정되는 500배의 시야에 있어서, 단면 길이로서, 압연 방향으로  $200\mu\text{m}$ , 판 두께 방향으로  $70\mu\text{m}$ 의 영역을 대상으로 하고, 측정점 피치로서  $0.25\mu\text{m}$  간격으로, 결정 방위의 측정을 행한다. 결정 방위차가  $15^\circ$  이상인 경계를 결정립계로 하여, 이 결정립계로 둘러싸이는 범위를 결정립으로 한다. 시야 중, 결정립의 수가 100개 미만인 경우, 추가의 시야에 대해서 측정을 행한다.

- [0064] 이 결정립에 관하여, 도 2에 도시하는 바와 같이, a) 내지 d)에 나타내는 방법으로 결정립의 평균 두께를 구한다.
- [0065] a) 강판의 판 두께 방향(법선 방향)으로 입자의 양단을 정하는 가상선(1)을 긋는다.
- [0066] b) 양단의 거리 L에 대하여, 결정립의 양단으로부터 각각 L의 2.5%의 부분에 판 두께 방향의 가상선(그 사이가 입자의 95% 폭을 나타내는 선)(2)을 긋는다.
- [0067] c) 상기 b)에서 그은 가상선의 사이(결정립의 95% 폭 부분)에 대해서, 결정립과 산화물층의 계면 및 결정립의 하측(산화물층과는 반대측의 결정립계)의 포락선에 대해서 평균선(3)을 긋는다.
- [0068] d) 상기 c)에서 그은 2개의 평균선의 거리를 두께 t(4)로서 구한다(양단과 중심, 양단과 중심의 중간점의 합계 5개소를 평균).
- [0069] 또한, 상기 a)에서 그은 입자의 양단의 범위를 이 결정립의 폭으로 하여, 에스펙트비를 산출한다.
- [0070] 상기 결정립 중, 평균 두께가  $0.5$  내지  $5.0\mu\text{m}$ , 에스펙트비가  $1.5$  이상인 결정립 모두에 대해서, Fe의 페라이트 상의 결정 방위를 측정한다. 그리고 나서 측정한 결정 방위를 IPF맵이라고 불리는 결정 방위 맵으로 하여 압연 방향(RD 방향) 및 강판 면 법선 방향(ND 방향)에 대한 결정 방위를 도시한 맵 도면을 얻는다. 각 결정립의 Goss 방위와의 방위차의 평균을 산출하고, Goss 방위로부터의 어긋남으로 한다. Goss 방위로부터의 어긋남이  $10^\circ$  이상이면, 편평 결정립이라고 한다.
- [0071] 편평 결정립의 평균 두께의 평균(단순 평균)은, 상기에서 얻어진 각 편평 결정립의 평균 두께의 합을, 편평 결정립의 수로 나눔으로써 얻어진다.
- [0072] 편평 결정립은 압연 방향(길이 방향) 및 폭 방향으로 편평하기 때문에, 판 두께 방향의 단면이면, 어느 방법으로 관찰해도 되지만, 상술한 강판을 압연 방향(RD 방향)에 평행한 면을 단면으로서 얻어 EBSD에서 결정 방위 맵을 얻어 「편평 결정립」의 존재를 확인하는 방법이, 정밀도가 높으므로 바람직하다. 그 밖에도 단순히 「편평 결정립」의 존재를 확인하는 방법으로서 압연 방향(RD 방향)에 평행한 면을 연마하여 평활한 단면으로서 얻은 후, 통칭 나이탈법(질산에탄올법, JIS-G-0553(2019) 등에 기재) 등에 의해 결정립계를 현출하는 방법에 의해 확인하는 방법은 있지만, 본 방법에서는 결정 방위의 특징을 할 수 없고, 별도로 EBSD 등에 의해 결정 방위 측정의 필요가 있으므로, 본 실시 형태에서는 상기한 FE-SEM과 EBSD를 병용하는 방법이 가장 적합하다.
- [0073] 또한, 모재 강판과 산화물층의 계면의 길이에 차지하는, 편평 결정립의 입계의 길이의 비율은, 이하의 방법으로 구할 수 있다.
- [0074] 예를 들어 500배의 배율로 관찰한 시야에 있어서, 압연 방향의 단면 길이로서 규소 강판과 산화물층의 계면에 대해서,  $200\mu\text{m}$ 의 영역을 대상으로 하여, SEM 관찰 및 EBSD 측정을 행한다. 이것을 5개소, 즉 계면 길이로서  $1000\mu\text{m}$ 분에 대해서 SEM 관찰 및 EBSD 측정을 행한다. 규소 강판과 산화물층의 계면의 길이( $1000\mu\text{m}$ ) 중 평균 두께가  $0.5$  내지  $5.0\mu\text{m}$ , 에스펙트비가  $1.5$  이상, Goss 방위와의 방위차가  $10^\circ$  이상의 편평 결정립의 입계가 차지하는 비율(백분율)을 측정한다.
- [0075] 절연 피막층, 산화물층, 규소 강판의 계면이나, 편평 결정립의 동정 등은 상기와 동등한 요령으로 행할 수 있다.
- [0076] 측정 시에는, 측정 범위 B 중, 규소 강판의 표면에 산화물층이 형성되어 있는 길이를 B'로 하고(측정 범위 전역에 산화물층이 형성되어 있는 것이면  $B=B'$ ), 이 중, 규소 강판의 최표층에 편평 결정립이 형성되고, 규소 강판과 산화물층의 계면이, 편평 결정립의 결정립계인 부분의 길이를  $b_1, b_2 \dots b_i$ 로 하고(도면에서는  $i=3$ ),  $b_1$  내지  $b_i$ 의 길이의 합계( $\sum b_i$ )를 규소 강판의 표면에 산화물층이 형성되어 있는 길이를 B'으로 나눔( $\sum b_i/B'$ )으로써, 모재 강판과 산화물층의 계면의 길이에 차지하는, 편평 결정립의 입계의 길이의 비율을 측정한다.
- [0077] (열변형)
- [0078] 압연 방향과 교차하는 방향으로 연장되는 선상의 열변형을 압연 방향으로 주기적으로 형성함으로써, 자구 제어

를 행할 수 있다. 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판에서는, 방향성 전자 강판의 제조에 있어서 절연 피막 형성 공정 후에 강판에 열변형을 부여한다.

- [0079] 구체적으로는, 마무리 어닐링 후의 강판에, 장력 부여 기능을 갖는 절연 피막 성분을 함유하는 코팅액을 도포 후, 피막의 베이킹과 강판의 평탄화를 겸한 어닐링을 행한다. 이 베이킹 및 평탄화를 위한 어닐링 후, 강판에 열변형을 부여한다.
- [0080] 열변형은 방향성 전자 강판 압연 방향에 대하여 80 내지 100°의 방향으로 연장되는 직선상의 열변형으로 한다. 이 열변형은 압연 방향에 주기적으로 복수 존재하고, 인접하는 열변형 부여 영역의 압연 방향의 간격이, 1.0 내지 20.0mm이다. 열변형은, 각각이 대략 평행하고, 그 압연 방향의 간격은 등간격인 것이 바람직하다. 열변형 부여 영역의 간격이란, 열변형 부여 영역의 중심으로부터 인접한 열변형 부여 영역의 중심까지의 거리이다. 열변형은 후술하는 바와 같이 레이저, 전자 빔, 플라스마 조사에 의해 부여할 수 있다.
- [0081] 상술한 편평 결정립에 의한 이상 와전류손 저감 효과는, 열변형 부여 영역의 형성에 의해 자구 제어를 행한 경우에도 그 효과가 발휘된다. 또한, 이하와 같은 열변형 부여형 자구 제어에 있어서 부차적인 효과를 갖는다.
- [0082] 즉, 강판의 면 내 전역에서 산화물을 표면으로부터 일정한 두께 영역에 또한 가능한 한 균일하게 형성한다는 것은, 표면의 색조 분포를 보다 균일화하게 된다. 또한, 강판의 표층 및 표면에 생성되는 산화물을 일정한 두께 방향으로 형성시키는 것은, 강판 면 내 전역의 방사율을 상승시킨 후에 균일화시키게 된다. 즉 열변형을 부여할 때, 레이저나 전자 빔 조사에 의해 에너지를 균일하게 또한 흡수시키기 쉬워짐으로써, 철손 저감 및 변동의 저감이 가능해져 결과적으로 강판 각 개소에서 자구 폭을 작게 할 수 있어, 결과적으로 철손 저감이 가능해진다.
- [0083] 바꿔 말하면, 편평 결정립을 제어한 강판에서는 열변형 부여에 의한 자구 제어를 행함으로써, 상승 효과에 의해, 각각을 단독으로 행한 경우에 비해, 보다 높은 효과가 얻어진다.
- [0084] 모재 강판(규소 강판)의 화학 조성은 한정되지는 않고, 공지의 방향성 전자 강판의 모재 강판과 동등하면 된다. 예를 들어, 이하에 기재된 범위의 조성을 들 수 있다.
- [0085] 모재 강판의 화학 조성은, 질량%로, Si: 2.00 내지 6.00%를 함유하고, 잔부가 Fe 및 불순물로 이루어진다. 이 화학 조성은, 결정 방위를 {110}<001> 방위에 집적시킨 Goss 집합 조직으로 제어하고, 양호한 자기 특성을 확보하기 위해서이다. 그 밖의 원소에 대해서는, 특별히 한정되는 것은 아니며, Fe로 치환하여, 공지의 원소를 공지의 범위에서 함유하는 것이 허용된다. Si 이외의 대표적인 원소의 대표적인 함유 범위(질량%)는 이하와 같다.
- [0086] C: 0 내지 0.0050%
- [0087] Mn: 0 내지 1.0%
- [0088] S: 0 내지 0.0150%
- [0089] Se: 0 내지 0.0150%
- [0090] Al: 0 내지 0.0650%
- [0091] N: 0 내지 0.0050%
- [0092] Cu: 0 내지 0.40%
- [0093] Bi: 0 내지 0.010%
- [0094] B: 0 내지 0.080%
- [0095] P: 0 내지 0.50%
- [0096] Ti: 0 내지 0.0150%
- [0097] Sn: 0 내지 0.10%
- [0098] Sb: 0 내지 0.10%
- [0099] Cr: 0 내지 0.30%

- [0100] Ni: 0 내지 1.0%
- [0101] Nb: 0 내지 0.030%
- [0102] V: 0 내지 0.030%
- [0103] Mo: 0 내지 0.030%
- [0104] Ta: 0 내지 0.030%
- [0105] W: 0 내지 0.030%
- [0106] 이들 선택 원소는, 그 목적에 따라서 함유시키면 되므로 하한값을 제한할 필요가 없고, 실질적으로 함유하고 있지 않아도 된다. 또한, 이들 선택 원소가 불순물로서 함유되어도, 본 발명의 효과는 손상되지 않는다. 불순물은 의도하지 않고 함유되는 원소를 가리키고, 모재 강판을 공업적으로 제조할 때, 원료로서의 광석, 스크랩 또는 제조 환경 등으로부터 혼입되는 원소를 의미한다.
- [0107] 규소 강판의 화학 조성은, 모재 강판을 염산 등으로 산 분해하여 얻어진 용액으로 한다. 그리고 나서 미리 농도가 기지인 각 원소 용액을 ICP(유도 결합 플라즈마) 분석에 의해 검량선을 구하고, 그리고 나서 상기 얻어진 용액의 분석을 행하고, 함유하는 원소에 대해서 정량하여 구할 수 있다.
- [0108] 모재 강판(규소 강판)의 표면에 산화물층 및 절연 피막층이 형성되어 있는 방향성 전자 강판의 경우, 산화물층 및 절연 피막층을 제거하고 나서 측정한다.
- [0109] 절연 피막층은 방향성 전자 강판을, NaOH: 30 내지 50질량% 및 H<sub>2</sub>O: 50 내지 70질량%를 함유하고, 80 내지 90℃인 수산화나트륨 수용액에, 7 내지 10분간 침지함으로써 제거할 수 있다.
- [0110] 또한, 절연 피막층이 제거된 방향성 전자 강판을 수세하고, 수세 후, 온풍의 블로어로 1분간 약하게 건조시킨다. 건조 후의 방향성 전자 강판(절연 피막층을 구비하고 있지 않은 방향성 전자 강판)을, 10질량%의 HCl을 함유하고, 80 내지 90℃인 염산수 용액에, 1 내지 10분간 침지함으로써, 산화물층을 제거할 수 있다.
- [0111] 침지 후의 모재 강판을 수세하고, 수세 후, 온풍의 블로어로 1분간 약하게 건조시킴으로써, 산화물층 및 절연 피막층을 갖는 방향성 전자 강판으로부터, 모재 강판(규소 강판)을 취출할 수 있다.
- [0112] (판 두께)
- [0113] 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판의 규소 강판(모재 강판)의 판 두께는 한정되지는 않지만, 그 철손값을 고려한 경우, 0.15 내지 0.35mm인 것이 바람직하다. 0.35mm를 초과하면 판 두께가 크기 때문에, 상술한 고전적 와전류손이 커지고, 철손이 커진다. 한편, 판 두께가 0.15mm보다도 작으면 압연 효율이 저하되어 생산성면, 비용면에서 불리하다.
- [0114] [산화물층]
- [0115] 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판에서는, 규소 강판(모재 강판)의 표면에 Mg, Al 및 Si의 1종 이상의 산화물로 이루어지는 산화물층이 형성되어 있다.
- [0116] 이 산화물층은 마무리 어닐링 시에, 어닐링 분리제에 포함되는 Mg 및/또는 Al과 강판 표면에 형성된 Si계 프리산화물이 고상 반응하여 형성된다. 예를 들어, MgO를 포함하는 어닐링 분리제를 사용한 경우, 산화물층으로서, 주로 포르스테라이트(Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>) 피막의 층이 형성된다. 또한 강 중에 인히비터로서 함유되는 AlN은 마무리 어닐링의 후반으로 규소 강판의 표면에 있어서, 어닐링 분위기 중의 산소에 의해 산화된다. 이에 따라, 스피넬(MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) 혹은 알루미나(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), 혹은 멀라이트(2SiO<sub>2</sub> · 3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)가 생성된다. 실질적으로 MgO만으로 이루어지는 어닐링 분리제를 사용하는 경우에는, 거의 스피넬(MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)로서 생성된다.
- [0117] 이 산화물층이, 편평 결정립의 표면을 덮음으로써, 그 상층에 실시되는 절연 피막층과의 밀착성을 향상시킨다는 효과가 얻어진다. 충분한 효과를 얻는 경우, 편평 결정립에 있어서의, 산화물층의 피복률이 50% 이상인 것이 바람직하다.
- [0118] 피복률은, 이하의 방법으로 구할 수 있다. 즉, 전술한 요령으로 EBSD에 의해 편평 결정립의 존재를 특정한다. 그리고 나서 각 편평 결정립의 FE-SEM상 혹은 FE-SEM상을 바탕으로 EDS 등에 의해 원소 분석을 행한 원소 분석상에 착안한다. 편평 결정립에 있어서 절연 피막층과 편평 결정립 사이 혹은 편평 결정립의 표면층으로부터 강

관 내부의 방향의 투영부에 Mg, Al 및 Si의 1종 이상의 산화물층이 존재하는 길이를 측정한다. 산화물층 또는 절연 피막층과 편평 결정립의 계면 길이로서 1000 $\mu$ m분에 대해서 산화물층이 존재하는 길이율을 백분율로서 구한다.

[0119] 예를 들어, 도 3과 같은 상태이면,  $(A1+A2+A3)/(a1+a2+a3) \times 100$ 으로 피복률(%)을 구할 수 있다.

[0120] [절연 피막층]

[0121] 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판에서는, 산화물층의 표면에(상층으로서) 절연 피막층이 형성되어 있다. 이 절연 피막층은 방향성 전자 강판을 변압기로서 사용할 때에 필요 불가결이다. 방향성 전자 강판은 변압기로서 사용할 때에 적층하여 사용되지만, 그 적층된 강판(규소 강판) 사이가 단락되면 변압기 철심에 와전류가 발생하여 철심 철손 증가의 요인이 된다. 그 때문에 강판 표면에 절연 피막의 층을 형성하고, 전기 절연성을 부여함으로써 변압기의 철심 철손을 저감한다. 또한 방향성 전자 강판의 절연 피막에 있어서 강판에 장력을 부여함으로써, 자구 폭을 작게 할 수 있어 이상 와전류손의 저감, 나아가서는 철손 저감을 도모할 수 있다.

[0122] 또한 방향성 전자 강판의 절연 피막에 대해서는, 상기와 같은 전기 절연성 이외에도, 내식성, 내열성, 미끄럼성 등의 철심 제작 시에 필요한 다양한 특성이 구비되는 것이 요구된다. 그러한 요구를 근거로 하여 절연 피막에는, 예를 들어 인산염과 콜로이드 실리카를 주성분으로 하는 피막종이 사용된다. 또한 강판에 의해 큰 장력을 부여하는 것을 목적으로 하여, 봉산 알루미늄을 주성분으로 하는 것이나 봉산 알루미늄과 실리카로 이루어지는 피막이 사용되는 경우도 있다. 어느 피막도, 그들에 포함되는 성분을 용해 혹은 분산시킨 코팅액을 산화물층의 표면에 도포하고, 베이킹함으로써 형성되는 공지의 피막이어도 된다.

[0123] <제조 방법>

[0124] 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판은, 제조 방법에 구애되지 않고 상기의 특징을 갖고 있으면, 그 효과는 얻어지지만, 이하의 공정을 포함하는 제조 방법이면 안정적으로 제조할 수 있으므로 바람직하다.

[0125] (I) 슬래브를, 가열해서 열간 압연하여 열연판으로 하는 열간 압연 공정과,

[0126] (II) 상기 열간 압연 공정 후의 상기 열연판을 어닐링하는 열연판 어닐링 공정과,

[0127] (III) 상기 열연판 어닐링 공정 후의 상기 열연판을, 산세하는 산세 공정과,

[0128] (IV) 상기 산세 공정 후의 상기 열연판을, 냉간 압연하여 냉연판으로 하는 냉간 압연 공정과,

[0129] (V) 상기 냉간 압연 공정 후의 상기 냉연판의 표면을 연삭하는 연삭 공정과,

[0130] (VI) 상기 연삭 공정 후의 상기 냉연판을, pH4.0 내지 10.0의 수성액에 접촉시키는 접촉 공정과,

[0131] (VII) 상기 접촉 공정 후의 상기 냉연판에, 탈탄 어닐링을 행하는 탈탄 어닐링 공정과,

[0132] (VIII) 상기 탈탄 어닐링 공정 후의 상기 냉연판에 어닐링 분리제를 도포한 후에, 마무리 어닐링하고, 규소 강판(모재 강판)이 되는 상기 냉연판의 표면에 Mg, Al 및 Si의 1종 이상의 산화물로 이루어지는 산화물층을 형성하는 마무리 어닐링 공정과,

[0133] (IX) 상기 마무리 어닐링 공정 후의 상기 산화물층의 표면에, 절연 피막층을 형성하고, 상기 규소 강판, 상기 산화물층 및 상기 절연 피막층을 구비하는 방향성 전자 강판을 얻는, 절연 피막 형성 공정과,

[0134] (X) 상기 절연 피막 형성 공정 후의 상기 방향성 전자 강판의 표면에, 레이저, 전자 빔 또는 플라즈마를 조사하고, 상기 규소 강판의 표면에, 압연 방향에 대하여 80 내지 100°의 각도를 이루는 방향으로 연장되는, 직선상의 열변형을, 상기 압연 방향의 간격이 각각 1.0 내지 20.0mm가 되도록 복수 형성하는, 자구 제어 공정.

[0135] 또한, 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판의 제조 방법은, 또한 이하의 공정 중 어느 하나 이상을 갖고 있어도 된다.

[0136] (XI) 상기 냉연판의 질소량을 증가시키는 질화 처리 공정.

[0137] 이들 중, 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판의 제조 방법에서는, 연삭 공정, 접촉 공정, 자구 제어 공정에 특징이 있다. 한편, 열간 압연 공정, 열연판 어닐링 공정, 냉간 압연 공정, 탈탄 어닐링 공정, 질화 처리 공정, 마무리 어닐링 공정, 절연 피막 형성 공정에 대해서는, 공지의 조건에서 행할 수 있다.

[0138] 이하, 바람직한 조건에 대해서 설명한다. 설명하지 않는 조건에 대해서도, 공지의 조건에서 행할 수 있다.

- [0139] [열간 압연 공정]
- [0140] 열간 압연 공정에서는, 소정의 화학 조성(본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판의 규소 강판의 화학 조성에 따른 화학 조성)을 갖는 슬래브를, 가열해서 열간 압연하여 열연판으로 한다.
- [0141] 그 조건은, 한정되지는 않지만, 슬래브 가열 온도는, 예를 들어 1000 내지 1400℃이다.
- [0142] 열간 압연에 제공하는 슬래브의 화학 조성은, 방향성 전자 강판으로서 얻고자 하는 화학 조성에 따라, 각 공정에서의 화학 조성의 변화를 고려하여 결정하면 된다.
- [0143] 상술한 바람직한 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판의 규소 강판의 화학 조성을 얻는 경우, 예를 들어 이하의 화학 조성을 갖는 슬래브를 사용하는 것이 바람직하다.
- [0144] 질량%로, C: 0.040 내지 0.100%, Si: 2.00 내지 4.00%를 함유하고, 그 밖에 인히비터로서, AlN, MnS, MnSe, BN이 되도록, Al, Mn, Se, S, B, N 등을 소정의 범위에서 함유하고, 또한 필요에 따라서 Cu, Sn, Cr, Ni, Mo, Nb, Bi, Sb 등의 원소가 함유되는 화학 조성이 예시된다.
- [0145] 슬래브를 얻는 방법은 한정되지는 않는다. 예를 들어 소정의 화학 조성을 갖는 용강을 용제하고, 그 용강을 사용해서 제조하면 된다. 연속 주조법에 의해 슬래브를 제조해도 되고, 용강을 사용해서 잉곳을 제조하고, 잉곳을 분괴 압연하여 슬래브를 제조해도 된다. 또한, 다른 방법에 의해 슬래브를 제조해도 된다.
- [0146] 슬래브의 두께는, 특별히 한정되지는 않지만, 예를 들어 150 내지 350mm이다. 슬래브의 두께는 바람직하게는, 220 내지 280mm이다. 슬래브로서, 두께가 10 내지 70mm의, 소위 박 슬래브를 사용해도 된다.
- [0147] 열간 압연에 의해 소위 열연판(열연 강판)을 얻는다. 열연판의 판 두께(마무리 판 두께)는 특별히 한정되지는 않는다. 단 열연판에 열연판 어닐링을 실시하고, 산세 후, 냉간 압연이 이루어지지만, 소위 냉간 압연율은 방향성 전자 강판의 자기 특성에 영향을 미치는 것이 알려져 있고, 최종 판 두께에 대하여 필요한 냉간 압연율을 가미한 형태로 열연판의 판 두께가 선택된다. 예를 들어 최종 판 두께가 0.20 내지 0.30mm인 경우, 열연판의 마무리 판 두께는 2.0 내지 4.0mm의 범위가 바람직하다.
- [0148] [열연판 어닐링 공정]
- [0149] 열연판 어닐링 공정에서는, 열간 압연 공정 후의 상기 열연판을 어닐링한다. 이러한 어닐링 처리를 실시함으로써, 강판 조직에 재결정이 발생하고, 양호한 자기 특성을 실현하는 것이 가능해진다.
- [0150] 본 실시 형태의 열연판 어닐링 공정에서는, 공지의 방법에 따라, 열간 압연 공정을 거쳐서 제조된 열연판을 어닐링하면 된다. 어닐링 시에 열연판을 가열하는 수단에 대해서는, 특별히 한정되는 것은 아니며, 공지의 가열 방식을 채용하는 것이 가능하다. 예를 들어 소위 연속 어닐링이어도 되고, 열연판을 코일상의 것으로 하여 배치 어닐링으로 해도 된다. 또한, 어닐링 조건에 대해서도, 특별히 한정되는 것은 아니지만, 예를 들어 열연판에 대하여 900 내지 1200℃의 온도 영역에서 10초 내지 5분간의 어닐링을 행할 수 있다. 또한 분위기는 특별히 제한되는 것은 아니지만, 강판의 산화는 억제한 쪽이 바람직하고 질소나 아르곤, 수소 등의 비산화 분위기에서 행하는 것이 바람직하다.
- [0151] [산세 공정]
- [0152] 산세 공정에서는 열연판 어닐링 공정 후의 열연판을, 산세하고, 열간 압연 및 열연판 어닐링으로 표면에 생성된 스케일(산화물)을 제거한다. 본 실시 형태의 산세 공정에서는, 공지의 방법이 사용된다. 산세액으로서는 염산이나 황산, 질산 등 공지의 산이 사용된다. 또한 산세액에는 필요에 따라서 공지의 산세 억제제나 산세 촉진제 등을 첨가해도 된다. 또한 강판을 산세액에 접촉시키기 전에, 스케일과 강판의 계면에 산세액을 침투시켜, 산세 효율을 향상시킬 목적으로, 산세 전에 강판에 대한 쇼트 블라스트 등의 물리적인 처리를 행하는 것도 가능하다.
- [0153] [냉간 압연 공정]
- [0154] 냉간 압연 공정에서는 열연판 어닐링 공정 후의 열연판을, 산세하고, 냉간 압연하여 냉연판으로 한다. 냉간 압연은 1회의(중간 어닐링을 사이에 두지 않는 일련의) 냉간 압연이어도 되고, 냉연 공정의 최종 패스 전에, 냉연을 중단하고 적어도 1회 또는 2회 이상의 중간 어닐링을 실시하여, 중간 어닐링을 사이에 두는 복수회의 냉간 압연을 실시해도 된다.
- [0155] 냉간 압연의 조건은, 공지의 방법에 따르면 된다. 방향성 전자 강판에 있어서의 냉간 압연율은 그 자기 특성에

크게 영향을 미친다. 특히 최종 압하율의 영향은 크고, 최종 압하율을 80 내지 95%의 범위 내로 할 수 있다. 최종 압하율이란, 냉간 압연의 누적 압하율이고, 중간 어닐링을 행하는 경우에는 최종 중간 어닐링 후의 냉간 압연의 누적 압하율이다.

[0156] 중간 어닐링을 행하는 경우, 예를 들어 800 내지 1200℃의 온도에 5 내지 180초간 유지한다. 어닐링 분위기는 특별히 한정되지는 않지만, 강판의 산화를 방지하기 위해, 질소나 아르곤, 수소 등의 비산화 분위기에서 행하는 것이 바람직하다. 또한 어닐링 방법으로서 소위 연속 어닐링이어도 코일 형상에서의 배치 어닐링이어도 어느 것이어도 되고, 다른 수법이어도 된다. 중간 어닐링의 횟수는 제조 비용을 고려하면 3회 이내가 바람직하다.

[0157] [연삭 공정]

[0158] 연삭 공정에서는, 냉간 압연 공정 후의 냉연판의 표면을 연삭한다. 그 때, 누프 경도가 1000 이상인 지립, 혹은 상기 지립이 고정된 연마지, 롤, 또는 브러시를 사용해서, 연삭을 행한다. 코일상의 냉연판에 대하여 연삭을 행하는 경우, 통관 라인을 사용해서 연속적으로 연삭하는 것이 생산성면 및 품질면에서 바람직하다. 그 경우 주로 지립이 브러시 내에 고정된 것을 사용하는 것이 일반적이다. 물론 코일이 아니라 판상의 냉연판도 사용하는 것이 가능하고, 그 경우에는 연마지 등에 의해 연삭하는 것도 가능하다.

[0159] 상술한 바와 같이, 마무리 어닐링 시에 인히비터(AIN 등의 결정립계에 존재하는 석출물)를 가능한 한 고온까지 존재시킴으로써, 보다 이상 Goss 방위에 가까운 결정 방위를 갖는 결정립만을 입성장시키게 되어, 자속 밀도가 향상된다.

[0160] 그러나, 인히비터의 사이즈는 수10 내지 약 100nm로 매우 작지만, 그 사이즈에는 분포가 있다. 사이즈에 분포가 있는 경우, 사이즈가 작은 인히비터는 저온에서 분해가 시작된다. 그 경우, Goss 방위(이상 Goss 방위)에 가까운 결정립만의 2차 재결정이 곤란해져, 자속 밀도를 향상시키는 것이 어렵다. 한편, 인히비터의 사이즈를 바람직한 사이즈로 일정하게(사이즈의 차가 적어지도록) 제어하는 것은 공업적으로는 매우 곤란하다.

[0161] 이에 반해, 인히비터의 분해·산화를 억제함으로써, 인히비터를 고온까지 존재시킬 수 있으면, 보다 Goss 방위에 가까운 결정립만의 2차 재결정을 발생시킬 수 있다. 또한, 인히비터의 분해·산화의 억제에는, 탈탄 어닐링 공정에 모재 강판(이 되는 냉연판)에 형성되는 전술한 Si계 프리 산화물이 기여하는 것이 알려져 있다.

[0162] 그러나, 이 Si계 프리 산화물은 탈탄 어닐링 공정의 전공정의 영향을 받기 쉽고, 강판 표면의 각 부위에서 형성 상태가 불균일해지기 쉽다. 그 형성 상태가 불균일하면, 강판 면 내의 장소에 따라서 인히비터의 분해·산화의 억제 효과에 변동이 생겨, 목적하는 효과를 얻을 수 없다.

[0163] 그 때문에, 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판의 제조 방법에서는, 마무리 어닐링 후의 산화물층의 형성 상태를 강판의 표면의 일정한 두께 영역에 또한 가능한 한 균일하게 하기 위해, 그들 산화물층의 균일한 형성을 저해하고 있는 냉간 압연 등의 실시 수반하여 강판 표면에 불균일하게 형성된 Fe계 산화물이나, 유성제 혹은 극압 첨가제 등의 강판 표면과의 반응물을, 강판 표면을 연삭함으로써 탈탄 어닐링 전에 강판 표면으로부터 제거한다.

[0164] 구체적으로는, 누프 경도가 1000 이상인 지립, 혹은 상기 지립이 고정된 연마지, 롤, 또는 브러시를 사용해서, 강판의 적어도 한쪽 면을 연삭하는 것과 함께 강판 표면으로부터 Fe계 산화막이나 반응물을 제거한다. 누프 경도가 1000 미만이면, 강판에 대하여 지립의 경도가 부족하기 때문에 연삭이 행하기 어려워진다. 또는 연삭 효율이 저하된다. 또한, 지립의 최대 입자경이 30 $\mu$ m 미만이면, 강판 표면의 조도에 대하여 지립의 입자경이 상대적으로 작아지기 때문에 연삭이 행하기 어려워지거나, 또는 연삭 효율이 저하되므로 바람직하지 않다. 한편, 최대 입자경이 300 $\mu$ m를 초과하면, 강판 표면의 조도에 대하여 지립의 입자경이 상대적으로 너무 커지기 때문에 연삭 시에 표면 손상이 눈에 띄기 쉬워 제품의 외관의 품위가 저하되므로 바람직하지 않다. 누프 경도의 상한은 한정되지는 않지만, 단단한 지립은 취약해지기 쉽고, 지립을 포함하는 연마지나 롤, 브러시 등의 연속 사용에서 연삭 불량 등의 지장이 발생하기 쉽기 때문에, 8000 이하가 바람직하고, 5000 이하가 보다 바람직하다. 지립으로서 주로 알루미늄(누프 경도 약 2000), 혹은 탄화규소(누프 경도 약 2500), 질화붕소(누프 경도 약 5000), 다이아몬드(누프 경도 약 7000) 등이 사용된다.

[0165] 구체적으로, 냉연판을 연삭할 때의 공정에 대해서 지립이 들어간 브러시 물을 사용한 경우를 예로 들어 설명한다. 브러시 물은 금속제 물에 표면에 수지 라이닝을 행하고, 아크릴 수지 등에 제작한 섬유에 상기 지립을 매립한 것을, 물 표면의 수지층 표면에 모상으로 식부한 것이다. 연속 통관 라인에서의 적용을 예로 들어 설명하면, 브러시 물에 의해 강판을 연삭할 때의 강판의 통관 속도는 약 20 내지 200mpm(meter per minute)의 범위이며 강판을 이동시키면서, 강판과 브러시 물이 접촉하는 위치에서는 강판 통관 방향과 대향하는 방향으로 회전하

는 브러시 물을 강판에 접촉시켜서 강판을 연삭한다. 브러시 물로 강판을 연삭할 때에는 강판을 브러시 물과 아이들 물 사이에 끼워 넣고, 또한 통관 라인(패스 라인)에 대하여 브러시 물을 아이들 물측에 압하 압입 연삭을 행한다. 이때의 압하량이 1.0 내지 5.0mm 정도가 적합하다고 되어 있다. 브러시 물 직경은 통상 200 내지 500mm 정도의 것이 사용된다. 너무 작으면 브러시나 지립의 마모가 빠르고, 너무 크면 금속제 물이 너무 커져 설비가 대규모가 되기 때문이다. 브러시는 상기와 같이 강판의 통관 방향과 대향 방향으로 회전시켜 연삭을 행한다. 강판의 통관 속도는 상기와 같이 20 내지 200mpm의 범위이지만, 그 경우 브러시의 회전 속도는 약 500 내지 2000rpm 정도가 연삭량을 소정 범위로 하기 위해 적합하다고 되어 있다. 회전 속도가 작으면 연삭량이 작아지고, 연삭량을 증가시키기 위해 압하량을 크게 하면 브러시 물과 강판의 통관이 대향이기 때문에, 강판과 브러시 물 사이의 마찰력에 의해 강판이 원활하게 통관되지 않고 인칭이 발생하는 소위 「채터」가 발생하기 쉬워진다. 「채터」는 강판 표면의 연삭이 불균일해지기 때문에 매우 바람직하지 않아 피해야 할 사상이다. 또한 브러시 물의 회전 속도가 2000rpm보다 커지면 브러시 물과 강판의 통관의 마찰력이 너무 커지고, 상기한 「채터」가 발생할 뿐만 아니라 브러시 물을 구동하는 모터에 대하여 과부하가 발생하므로 바람직하지 않다.

[0166] 또한, 냉연판의 표면에 불균일하게 형성된 Fe계 산화막이나 반응물의 충분한 제거를 행하기 위해, 연삭량은 적어도 한쪽의 표면에 있어서,  $0.10\text{g/m}^2$  이상으로 한다. 상기 Fe계 산화막이나 반응물은 강판 표면으로부터 충분히 제거되는 한편, 지립의 사용 수명이 짧아지는 것이나 연삭에 수반하여 슬러지 발생이 현저해지고, 그 처리에 시간이 걸리는 것은 압입 등에 의한 강판 표면의 결함 원인이 되므로, 연삭량은  $3.00\text{g/m}^2$  이하로 한다.

[0167] 연삭량은 연삭 전후의 강판의 중량차로부터 확인할 수 있다. 연삭량은 편면당의 연삭량이고, 연삭을 양면 행한 경우에는 양면당의 연삭량으로서 구해지고, 편의적으로 그 수치를 절반으로 하여 구해진다. Fe계 산화막이나 반응물을 강판 전체면으로부터 제거하는 관점에서 연삭량의 적합한 범위는  $0.30\text{g/m}^2$  이상  $3.00\text{g/m}^2$  이하이다.

[0168] [접촉 공정]

[0169] 접촉 공정에서는, 연삭 공정 후 또한 탈탄 어닐링 공정 전에, 냉연판의 표면을, pH4.0 내지 10.0의 수성액에 접촉시킨다. 이에 의해, 강판 표면에 부착된 지립 및 연삭 시에 발생한 강 슬러지를 제거한다. 상기 수성액으로서 이온 교환수여도 된다. 또한 그들에 Ca, Mg 등의 미네랄을 포함한 것이어도 되고, 상대 이온으로서 탄산이나 규산을 포함하는 것이어도 된다. 또한 황산이나 질산, 인산, 탄산, 카르복실산, 포스폰산 등에서 선택되는 산을 0.01wt% 정도 첨가하고, 알칼리 금속이나 알칼리 토류 금속 등으로 pH 조정한 것을 사용해도 된다. 특히 카르복실산이나 포스폰산은 지립이나 슬러지를 강판으로부터 제거하는 효과가 높다. 이온 교환수의 경우, 용손 방지의 관점에서, 그 전기 전도도는 0.1 내지  $10\mu\text{S/cm}$ 인 것이 바람직하다.

[0170] pH가 4.0 미만이면, 산성 수성액에 의한 강판 표면의 에칭에 의해 강판의 용손이 발생한다. pH가 10.0 초과이면, 알칼리성 수성액 작용에 의해, 연삭 후의 금속면의 산화를 촉진하기 때문에, 연삭 공정에서 강판 표면에 불균일하게 형성된 Fe계 산화물을 제거하였음에도 불구하고, 그 효과를 줄이는 것이 된다. 이 경우, 마무리 어닐링 후의 산화물층 및 산화물 입자의 균일한 형성이라는 당초의 목적인 효과가 충분히 얻어지지 않는다.

[0171] 상기의 목적을 위해서는, 접촉 시간은 0.1 내지 60초가 바람직하고, 1 내지 60초가 보다 바람직하다. 5 내지 60초가 더욱 바람직하다. 수성액의 유량은 1 내지 100L/min이 바람직하다.

[0172] 또한, 접촉 공정을 행함으로써, 지립이나 슬러지를 강판 표면으로부터 제거할 수 있고, 마무리 어닐링 후의 산화물층 및 산화물 입자의 균일 형성의 저해 인자를 회피할 수 있다.

[0173] 접촉 공정을 행하는 경우, 상기의 목적을 감안하여, 연삭 공정 후에 행한다.

[0174] 연삭 공정 중에도 냉연판의 표면을 수성액에 접촉시켜도 되지만, 연삭 공정 후에 접촉 공정을 행하지 않으면, 상기의 효과는 얻어지지 않는다.

[0175] [탈탄 어닐링 공정]

[0176] 탈탄 어닐링 공정에서는 연삭 공정 후의 냉연판에, 탈탄 어닐링을 행한다. 이 탈탄 어닐링에서는 강판으로부터 자기 특성에 악영향을 미치는 C가 제거(탈탄)됨과 함께, 냉연판이 1차 재결정된다.

[0177] 탈탄 어닐링 조건은 한정되지는 않지만, 탈탄을 위한 질소 수소 혼합 분위기로 하고 가습에 의해 산소 포텐셜을 높은 분위기에서 어닐링이 이루어진다. 또한 함께 1차 재결정 조직을 형성시키는 것이 필요하기 때문에, 재결정에 필요한 어닐링 온도와 당해 어닐링 온도에서 탈탄 가능한 산소 포텐셜의 관점에서 가습 온도(노점)가 결정된다. 어닐링 온도는 700 내지 900℃ 정도이고, 일반적으로 연속 어닐링 공정에서 어닐링이 이루어지므로, 60초 정도의 균열이 이루어진다. 상기와 같이 탈탄을 위해 산소 포텐셜이 높은 가습 분위기에서 어닐링하므로,

소위 강 중에 포함되는 Si가 강판 표면에 층상의 산화물로서 또한 강판 내부에 산화물 입자로서 형성되는 것이 알려져 있다(이하 상기와 마찬가지로 Si계 프리 산화물이라고 칭함).

[0178] [질화 처리 공정]

[0179] 질화 처리 공정에서는, 강판의 질소량을 증가시켜 질화물을 증가시킴으로써, 마무리 어닐링 공정에서 보다 Goss 방위에 가까운 결정립의 2차 재결정을 촉진시킨다. 질화 처리 공정에서는, 질화 처리 후의 강판의 질소량을 0.015 내지 0.050질량%로 하는 것이 바람직하다. 질화 처리의 방법은 한정되지는 않고, 공지의 방법이어도 된다.

[0180] 질화 처리 공정은 필수는 아니며, 생략해도 된다. 질화 처리를 행하는 경우, 탈탄 어닐링 공정과 마무리 어닐링 공정 사이에 행하는 것이 바람직하다.

[0181] [마무리 어닐링 공정]

[0182] 마무리 어닐링 공정에서는, 탈탄 어닐링 공정 후(질화 처리를 행한 경우에는 질화 처리 공정 후)의 냉연판에 어닐링 분리제를 도포하고, 마무리 어닐링하고, 모재 강판(규소 강판)이 되는 냉연판의 표면에 Mg, Al 및 Si의 1종 이상의 산화물로 이루어지는 산화물층을 형성한다.

[0183] 마무리 어닐링은, 어닐링 시간이 길기 때문에 통상 강판을 코일상으로 권취하여 배치 어닐링으로 행한다. 강판 온도가 1200℃ 정도까지 높아지기 때문에, 코일상의 강판이 시징되지 않도록, 어닐링 분리제가 도포된다. 어닐링 분리제는, 일반적으로 주로 MgO가 사용된다. 이러한 어닐링 분리제를 도포하고 나서 마무리 어닐링을 행함으로써, 어닐링 분리제에 포함되는 Mg와, 탈탄 어닐링 공정에서, 강판 표면에 형성된 Si계 프리 산화물이 고상 반응하고, 냉연판의 표면에 Mg 및 Si의 1종 이상의 산화물로 이루어지는 산화물층이 형성된다. 예를 들어, MgO를 포함하는 어닐링 분리제를 사용한 경우, 산화물층으로서, 주로 포르스테라이트( $Mg_2SiO_4$ ) 피막의 층이 형성된다. 또한 강 중에 인히비터로서 함유되는 AlN은 마무리 어닐링의 후반에서 강판 표면에 있어서 어닐링 분위기 중의 산소에 의해 산화되지만, 그 때에 스피넬( $MgAl_2O_4$ ) 혹은 알루미늄( $Al_2O_3$ ), 혹은 멀라이트( $2SiO_2 \cdot 3Al_2O_3$ )로서 형성된다. 실질적으로 MgO만으로 이루어지는 어닐링 분리제를 사용하는 경우에는, 거의 스피넬( $MgAl_2O_4$ )로서 생성된다.

[0184] 또한, 마무리 어닐링 공정에서는, 강판의 가열에 의해 탈탄 어닐링 공정에서 얻어진 1차 재결정립을 2차 재결정시켜, Goss 방위를 갖는 결정립을 얻음과 함께, 1200℃에 가까운 어닐링 온도에서 소정 시간 유지함으로써, 인히비터로서의 역할을 종료한 질화물(예: AlN)이나 황화물(예: MnS) 등의 강 중 석출물을 자기 특성에 악영향을 미치지 않도록 제거(순화)한다.

[0185] 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판의 제조 방법에서는, 마무리 어닐링에 제공하는 냉연판에 있어서, 인히비터의 사이즈가 통상보다도 크고 또한 균일하게 제어되어 있다. 그 때문에, Goss 방위에 가까운 결정립(Goss 방위에 가까운 방위를 갖는 결정립)만의 2차 재결정이 발생한다.

[0186] 마무리 어닐링의 조건은 한정되지는 않지만, 예를 들어 실온으로부터 10 내지 100℃/h의 범위로 승온하고, 일반적으로 Goss 방위에 2차 재결정이 발생한다고 되어 있는 900 내지 1000℃의 온도 범위에 있어서는 5 내지 20℃/h로 승온하고, Goss 방위에 우선 성장(2차 재결정)을 촉진하고, 그 후 상기와 같이 1200℃ 부근(예를 들어 1150 내지 1250℃)에서 역할을 종료한 인히비터의 순화를 행한다. 그 후는 수소나 질소 등의 비산화 분위기에 서서히 코일을 노로부터 취출한다.

[0187] [절연 피막 형성 공정]

[0188] 마무리 어닐링 공정이 종료된 코일에는 이후의 절연 피막 형성 공정에서 강판 시 표면이 되는 부위에 절연 피막층이 형성되는, 방향성 전자 강판에 있어서 변압기 제조에 적층되어 사용되지만, 변압기로서 동작 시에 그 적층간의 단락이 있으면, 철손이 증가하고 나아가 변압기의 소손이 발생하는 경우도 있기 때문에 절연 피막 형성 공정은 중요한 공정이다. 마무리 어닐링 공정 후의 코일의 어닐링 분리제를 수세나 산세에 의해 제거하고, 강판 표면에 형성되어 있는 산화물층의 표면에, 절연 피막층을 형성한다.

[0189] 예를 들어, 절연 피막층은 마무리 어닐링 후의 냉연판(모재 강판+산화물층)에, 인산 또는 인산염, 콜로이드상 실리카 및 무수 크롬산 또는 크롬산염을 포함하는 코팅 용액을 도포하고, 300 내지 950℃에서 10초 이상 베이킹 건조시킴으로써 형성할 수 있다. 베이킹 시의 분위기는 특별히 제한되는 것은 아니지만, 강판의 산화는 억제할 쪽이 바람직하고 질소나 아르곤, 수소 등의 비산화 분위기에서 행하는 것이 바람직하다. 또한 피막층으로서

상기한 인산염이 아니라 붕산과 알루미늄을 주성분으로 하는 코팅액 혹은 붕산과 알루미늄산화물(카올린 광물 등) 등을 주성분으로 하는 코팅액을 사용하고, 붕산 알루미늄을 주성분으로 하는 절연 피막을 형성하는 것도 가능하다. 붕산 알루미늄 적용에 의해 큰 장력을 강판에 부여할 수 있으므로, 철손을 저감할 수 있다. 또한 이 공정에서는 상기한 마무리 어닐링에 있어서의 배치 어닐링으로 코일 형상이 된 강판을, 연속 어닐링으로 평탄화하는 역할도 하고 있다. 즉 절연 피막의 베이킹과 코일 형상의 강판을 800℃ 정도로 일정한 장력을 부여하면서 연속 어닐링을 행하여, 평탄한 강판을 얻는다. 그 때문에 평탄화 어닐링 공정이라고도 불리는 경우가 있다.

[0190] 이들 공정을 거쳐, 모재 강판(규소 강판), 산화물층 및 절연 피막층을 구비하는 방향성 전자 강판을 얻을 수 있다.

[0191] [자구 제어 공정]

[0192] 자구 제어 공정에서는, 절연 피막 형성 공정 후의 방향성 전자 강판에, 레이저, 전자 빔 또는 플라스마를 조사하고, 모재 강판의 표면에, 압연 방향에 대하여 80 내지 100°의 각도를 이루는 방향으로 연장되는 직선상의 열변형을, 상기 압연 방향의 간격이 각각 1.0 내지 20.0mm가 되도록 복수 형성한다.

[0193] 방향성 전자 강판의 표면에 상기의 열변형 부여 영역을 형성함으로써, 자구가 세분화되어, 철손이 저감된다. 열변형의 방향, 간격 등이 상기 범위 외이면, 충분한 효과를 얻을 수 없다.

[0194] 열변형은 레이저, 전자 빔, 플라스마 등을, 모재 강판이 용융되지 않는 조건에서 조사함으로써 부여할 수 있다. 그 조건은 한정되지는 않지만, 예를 들어 레이저 조사이면, 레이저로서 연속과 레이저 혹은 펄스 레이저를 사용해서 행해진다. 예를 들어 특허문헌 1에 기재된 바와 같이 평균 에너지 밀도는 0.8 내지 2.0mJ/mm<sup>2</sup>의 범위로 제어하는 것이 바람직하다.

[0195] **실시예**

[0196] (실시예 1)

[0197] Si: 3.25질량%, Mn: 0.13질량%, S: 0.006질량%, C: 0.050질량%, 산 가용성 Al: 0.025질량%, N: 0.007질량%를 포함하는 용강을 연속 주조하여 두께 300mm의 슬래브를 얻었다.

[0198] 슬래브를 질소 분위기로 조정한 전기로 내에서 1150℃에서 60분간 가열 후, 조열연하여 판 두께 40mm의 강판을 얻고 나서, 또한 마무리 압연을 행하여 판 두께가 2.3mm의 열연판을 얻었다.

[0199] 그 후, 질소 분위기로 조정한 연속 어닐링로에서 1100℃에서 60초 가열 후 냉각하는 열연판 어닐링을 행하였다.

[0200] 얻어진 강판(열연판)을 10% 염산으로 산세하고, 강판의 스케일을 제거하였다.

[0201] 그 후, 냉간 압연을 행하여 판 두께가 0.22mm의 냉연판을 얻었다.

[0202] 얻어진 냉연판을, 표 1에 기재한 각종 지립이 들어간 브러시를 사용해서, 표면을 연삭하였다. 연삭 종료 후, pH=2.5 내지 12.0의 이온 교환수를 표면에 접촉시켰다. 단, 비교로서 일부의 강판에 대해서는, 연삭을 행하지 않은 강판 및 연삭 후 이온 교환수에 접촉시키지 않은 강판으로 하였다. 접촉 시에는 접촉 시간은 5초, 수성액의 유량은 10L/min으로 하였다.

[0203] 연삭 및 수성액과의 접촉을 행한 강판(모두 행하지 않은 경우에는 냉간 압연 후의 냉연판 또는 수성액과의 접촉을 행하지 않은 경우에는 연삭 공정 후의 냉연판)에 대해서, 폭 1.0m, 길이 1.0m의 샘플을 채취하여, 그 양면의 외관을 평가하였다.

[0204] 판단 기준은 이하와 같이 하여,

[0205] 5: 매우 미려(통관 방향의 줄무늬 손상 전혀 없음)

[0206] 4: 미려(통관 방향의 줄무늬 손상 수개 정도)

[0207] 3: 일부 줄무늬 손상 있음(통관 방향의 줄무늬 손상 ~ 20개 이하)

[0208] 1: 전체면 줄무늬 손상 있거나 또는 부착물 요철 있음

[0209] 외관이 나빴던 예(평가: 1)에 대해서는, 일부 예를 제외하고 그 후의 평가를 행하지 않았다.

[0210] 또한, 연삭 및 수성액과의 접촉을 행한 강판(모두 행하지 않은 경우에는 냉간 압연 후의 냉연판 또는 수성액과

의 접촉을 행하지 않은 경우에는 연삭 공정 후의 냉연판)에 대해서 이하 조건에서 탈탄 어닐링을 행하였다. 어닐링 분위기는 질소 50%+수소 50% 분위기로 하고 산소 포텐셜을  $PH_2O/PH_2=0.30$ 으로 하였다. 산소 포텐셜은, 분위기를 노 내에 도입하기 전에 가습하여 수분량을 조정하였다. 이 분위기에서, 850℃에서 60초간 균열함으로써 탈탄 어닐링을 행하였다.

[0211] 그 후, 질소-수소-암모니아 분위기에서 750℃에서 30초간 균열하여 질화 처리를 행하였다. 질화 처리 후의 강판의 질소 함유량이 N: 0.020질량%가 되도록 암모니아 농도를 조정하였다.

[0212] 그 후, MgO를 주체로 하는 어닐링 분리제의 물 슬러리를 조정하고, 편면당의 건조 후 부착량이  $6g/m^2$ 가 되도록 강판의 양면에 어닐링 분리제를 도포하여 건조시켰다. 그 때에 어닐링 분리제의 조성으로서는 MgO: 100질량부에 대하여  $TiO_2$ : 5중량부로 하고,  $FeCl_2$ 를 Cl로서 0.020질량%가 되도록 첨가하였다.

[0213] 그 후, 마무리 어닐링으로서 배치 어닐링로에 시료를 넣어 질소 50%+수소 50% 분위기에서 평균 가열 속도 20℃/h로 승온하고, 1200℃까지 승온 후, 분위기를 수소 100%로 전환하여 20h 균열하고, 그 후 강온하였다.

[0214] 마무리 어닐링 완료 후, 노로부터 강판을 취출하고, 어닐링 분리제를 수세 제거하였다. 이때, 강판(규소 강판)의 표면에는 2차 재결정이 종료되어 포르스테라이트로 이루어지는 유리 피막과, 유리 피막과 강판 사이에 형성된 입상의 스피넬( $MgAl_2O_4$ ), 알루미늄( $Al_2O_3$ ) 및/또는 멀라이트로 이루어지는 산화물층이 형성되어 있었다.

[0215] 이 강판(모재 강판인 규소 강판의 표면에 산화물층인 유리 피막이 형성된 강판)에, 계속해서 인산 알루미늄과 콜로이드 실리카, 무수 크롬산으로 이루어지는 절연 피막 성분을 함유하는 약액을 도포하고, 질소 분위기에서 800℃로 가열하여 30초간 유지함으로써 베이킹하였다. 이때에 절연 피막층의 부착량은 편면당  $4.8g/m^2$ 였다. 이에 의해 방향성 전자 강판을 얻었다.

[0216] 얻어진 방향성 전자 강판(규소 강판, 유리 피막(산화물층) 및 절연 피막층을 가짐)의 표면에 레이저 조사를 행하였다. 이때, 레이저 출력이 200W의 파이버 레이저를 사용하고, 레이저 조사 직경은  $\phi 0.2mm$ , 조사 에너지 밀도는  $1.5mJ/mm^2$ 로 조정하였다. 또한, 주사 방향은 강판 압연 방향에 88°의 방향으로 하고, 조사 피치(열변형의 압연 방향의 간격)를 4.0mm로 하였다.

[0217] 얻어진 방향성 전자 강판의 규소 강판의, 산화물층과의 계면으로부터 판 두께 방향으로 5 $\mu m$ 의 범위에 있어서의 원 상당 직경이 0.1 내지 3.0 $\mu m$ 인 Mg, Al, Si의 1종 이상의 산화물의 개수 밀도, 산화물층의 피복률 및 편평 결정립의 평가를 상술한 방법으로 행하였다.

[0218] 본 실시예에서는, 산화물층과의 계면으로부터 판 두께 방향으로 5 $\mu m$ 의 범위에 있어서의 원 상당 직경이 0.1 내지 3.0 $\mu m$ 인 Mg, Al, Si의 1종 이상의 산화물은, 스피넬( $MgAl_2O_4$ ), 알루미늄( $Al_2O_3$ ) 및 멀라이트( $2SiO_2 \cdot 3Al_2O_3$ )이고, 즉 Mg, Al 및 Si를 포함하는 산화물이었다.

[0219] <자기 특성 측정>

[0220] 또한, 얻어진 방향성 전자 강판으로부터 판 폭 방향 500×압연 방향 500mm의 사이즈로 10매 채취하고, JIS-C-2556:2015에 기재된 단판 자기 특성 측정법 자화력 800A/m으로 여자했을 때의 자속 밀도(이하 B8)와 여자 주파수 50Hz, 자속 밀도 1.7T로 여자했을 때의 철손(이하 W17/50)을 측정하였다.

[0221] B8이 1.90T 이상 또한 W17/50이 0.73W/kg 이하이면, 우수한 자기 특성을 갖는다고 판단하였다.

[0222] <밀착성>

[0223] 또한, 압연 방향으로 300mm×폭 방향으로 300mm의 시료를 채취하고, 이 시료를 직경이 20mm( $\phi 20mm$ )의 SUS304제의 환봉에 권취하고, 되감은 후, 권취 내측의 오목부의 절연 피막을 관찰함으로써 절연 피막의 밀착성을 평가하였다.

[0224] 판단 기준은 이하와 같이 하였다.

[0225] G(GOOD): 피막 박리 없음

[0226] P(POOR): 일부 피막 박리

[0227] B(BAD): 전체면 피막 박리

표 1

| 번호 | 브러시               |       |          |                 | 연삭 방법        |     |              | 용매        |       |         |       |
|----|-------------------|-------|----------|-----------------|--------------|-----|--------------|-----------|-------|---------|-------|
|    | 브러시<br>를 직경<br>mm | 종류    | 지립       |                 | 반송 속도<br>mpm | 연삭면 | 회전 속도<br>rpm | 압입량<br>mm | 수성액   |         |       |
|    |                   |       | 누포<br>경도 | 최대<br>입자경<br>μm |              |     |              |           | 촉매    | 첨가물     | pH    |
| 1  | -                 | -     | -        | -               | -            | -   | -            | -         | 접촉 없음 | 접촉 없음   | 접촉 없음 |
| 2  | 300               | 알루미나  | 2000     | 30              | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 접촉 없음 | 접촉 없음   | 접촉 없음 |
| 3  | 300               | 알루미나  | 2000     | 20              | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 순수    | -       | 6.0   |
| 4  | 300               | 알루미나  | 2000     | 30              | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 순수    | -       | 6.0   |
| 5  | 300               | 알루미나  | 2000     | 80              | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 순수    | -       | 6.0   |
| 6  | 300               | 알루미나  | 2000     | 125             | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 순수    | -       | 6.0   |
| 7  | 300               | 알루미나  | 2000     | 150             | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 순수    | -       | 6.0   |
| 8  | 300               | 알루미나  | 2000     | 300             | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 순수    | -       | 6.0   |
| 9  | 300               | 알루미나  | 2000     | 500             | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 순수    | -       | 6.0   |
| 10 | 300               | 알루미나  | 2000     | 1000            | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 순수    | -       | 6.0   |
| 11 | 300               | 탄화규소  | 2500     | 60              | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 순수    | -       | 6.0   |
| 12 | 300               | 질화붕소  | 5000     | 60              | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 순수    | -       | 6.0   |
| 13 | 300               | 다이아몬드 | 7000     | 60              | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 순수    | -       | 6.0   |
| 14 | 300               | 알루미나  | 2000     | 30              | 30           | 양면  | 300          | 2         | 순수    | -       | 6.0   |
| 15 | 300               | 알루미나  | 2000     | 30              | 30           | 양면  | 30           | 2         | 순수    | -       | 6.0   |
| 16 | 300               | 알루미나  | 2000     | 80              | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 순수    | 옥살산     | 2.5   |
| 17 | 300               | 알루미나  | 2000     | 80              | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 순수    | 옥살산 Na  | 4.0   |
| 18 | 300               | 알루미나  | 2000     | 80              | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 순수    | 포스폰산 Na | 5.0   |
| 19 | 300               | 알루미나  | 2000     | 80              | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 순수    | 탄산 Ca   | 8.0   |
| 20 | 300               | 알루미나  | 2000     | 80              | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 순수    | 수산화 Ca  | 10.0  |
| 21 | 300               | 알루미나  | 2000     | 80              | 30           | 양면  | 1200         | 2         | 순수    | 수산화 Mg  | 12.0  |
| 22 | 300               | 알루미나  | 2000     | 30              | 30           | 양면  | 800          | 2         | 순수    | -       | 6.0   |

표 2

| 번호 | 연식+접촉 후                       |          | 편평 결정립          |              | 모재 강판의, 산화물층과의 계면으로부터 5㎛의 범위의 산화물 |                           | 산화물층<br>% |
|----|-------------------------------|----------|-----------------|--------------|-----------------------------------|---------------------------|-----------|
|    | 편면<br>연식량<br>g/m <sup>2</sup> | 표면<br>외관 | 길이율<br>%        | 평균 두께의<br>μm | 종류                                | 밀도<br>개/(μm) <sup>2</sup> |           |
| 1  | -                             | -        | 15              | 0.5          | Me, Si, Al                        | 0.002                     | 30        |
| 2  | 0.30                          | 1        | 40              | 0.5          | Me, Si, Al                        | 0.008                     | 45        |
| 3  | 0.07                          | 4        | 40              | 0.5          | Me, Si, Al                        | 0.005                     | 40        |
| 4  | 0.30                          | 4        | 50              | 0.5          | Me, Si, Al                        | 0.010                     | 55        |
| 5  | 1.00                          | 4        | 60              | 0.8          | Me, Si, Al                        | 0.050                     | 85        |
| 6  | 1.40                          | 4        | 70              | 1.5          | Me, Si, Al                        | 0.080                     | 90        |
| 7  | 2.20                          | 4        | 80              | 2.1          | Me, Si, Al                        | 0.100                     | 95        |
| 8  | 3.00                          | 4        | 80              | 3.0          | Me, Si, Al                        | 0.180                     | 95        |
| 9  | 4.50                          | 3        | 80              | 4.5          | Me, Si, Al                        | 0.250                     | 70        |
| 10 | 7.00                          | 1        | 외관이 나쁜기 때문에 미평가 |              |                                   |                           |           |
| 11 | 1.00                          | 4        | 70              | 1.0          | Me, Si, Al                        | 0.060                     | 85        |
| 12 | 1.20                          | 4        | 70              | 1.2          | Me, Si, Al                        | 0.060                     | 85        |
| 13 | 1.50                          | 4        | 70              | 1.8          | Me, Si, Al                        | 0.060                     | 90        |
| 14 | 0.08                          | 4        | 40              | 0.5          | Me, Si, Al                        | 0.006                     | 40        |
| 15 | 0.05                          | 4        | 40              | 0.5          | Me, Si, Al                        | 0.003                     | 40        |
| 16 | 11.00                         | 1        | 외관이 나쁜기 때문에 미평가 |              |                                   |                           |           |
| 17 | 1.00                          | 5        | 80              | 1.2          | Me, Si, Al                        | 0.050                     | 85        |
| 18 | 1.00                          | 5        | 80              | 1.2          | Me, Si, Al                        | 0.050                     | 85        |
| 19 | 1.00                          | 5        | 80              | 1.2          | Me, Si, Al                        | 0.050                     | 90        |
| 20 | 1.00                          | 4        | 60              | 1.2          | Me, Si, Al                        | 0.050                     | 85        |
| 21 | 1.00                          | 4        | 15              | 0.5          | Me, Si, Al                        | 0.002                     | 45        |
| 22 | 0.20                          | 4        | 50              | 0.5          | Me, Si, Al                        | 0.010                     | 45        |

표 3

| 번호 | 자기 특성            |                      | 절연 피막<br>밀착성 | 비고  |
|----|------------------|----------------------|--------------|-----|
|    | 자속 밀도<br>B8<br>T | 철손<br>W17/50<br>W/kg |              |     |
| 1  | 1.88             | 0.78                 | B            | 비교예 |
| 2  | 1.89             | 0.76                 | P            | 비교예 |
| 3  | 1.89             | 0.76                 | P            | 비교예 |
| 4  | 1.91             | 0.72                 | G            | 발명예 |
| 5  | 1.92             | 0.70                 | G            | 발명예 |
| 6  | 1.92             | 0.70                 | G            | 발명예 |
| 7  | 1.92             | 0.72                 | G            | 발명예 |
| 8  | 1.91             | 0.73                 | G            | 발명예 |
| 9  | 1.89             | 0.85                 | P            | 비교예 |
| 10 | —                | —                    | —            | 비교예 |
| 11 | 1.92             | 0.70                 | G            | 발명예 |
| 12 | 1.92             | 0.70                 | G            | 발명예 |
| 13 | 1.92             | 0.70                 | G            | 발명예 |
| 14 | 1.89             | 0.77                 | P            | 비교예 |
| 15 | 1.89             | 0.77                 | P            | 비교예 |
| 16 | —                | —                    | —            | 비교예 |
| 17 | 1.92             | 0.70                 | G            | 발명예 |
| 18 | 1.92             | 0.70                 | G            | 발명예 |
| 19 | 1.92             | 0.70                 | G            | 발명예 |
| 20 | 1.92             | 0.70                 | G            | 발명예 |
| 21 | 1.88             | 0.86                 | P            | 비교예 |
| 22 | 1.90             | 0.73                 | G            | 발명예 |

[0230]

[0231]

표 1 내지 표 3으로부터 알 수 있는 바와 같이, 본 발명의 조건에서 강판의 표면의 연삭 및 수성액과의 접촉을 행한 예에서는, 규소 강판과 상기 산화물층의 계면으로부터 판 두께 방향으로  $5\mu\text{m}$ 의 범위에, 원 상당 직경으로  $0.1$  내지  $3.0\mu\text{m}$ 인, Mg, Al, Si의 1종 이상의 산화물이,  $0.010$  내지  $0.200\text{개}/\mu\text{m}^2$ 의 밀도로 존재하고, 판 두께 방향의 단면에 있어서, 규소 강판과 산화물층의 계면의 길이에 차지하는, 편평 결정립의 입계의 길이가 50% 이상이었다. 또한, 그 결과, 이들의 예에서는 자기 특성이 우수하였다.

[0232]

한편, 소정의 수성액과의 접촉을 행하지 않거나, 또는 연삭 조건이 바람직하지 않은 예에서는, 통상 요구되는 외관을 충족시키지 않거나, 혹은 표층부의 산화물이 충분히 형성되지 않거나 또는 편평 결정립이 충분히 형성되지 않았다. 또한, 그 결과, 자기 특성이 떨어졌다(외관 불량에 대해서는 평가하지 않음).

[0233]

(실시예 2)

[0234]

실시예 1에서 사용한 것과 마찬가지로의 성분의 용강·슬래브를 사용해서, 실시예 1과 마찬가지로의 방법으로 열간 압연, 열연판 어닐링, 산세, 냉간 압연을 행하여 판 두께가  $0.22\text{mm}$ 의 냉연판을 제작하였다.

[0235]

표 4에 기재한 각종 지립이 들어간 브러시를 사용해서, 강판의 표면을 연삭한 후, pH6.0의 이온 교환수에 접촉시켰다. 접촉 시에는, 접촉 시간은 5초, 수성액의 유량은  $10\text{L}/\text{min}$ 으로 하였다. 그 후, 실시예 1과 마찬가지로의 방법으로, 탈탄 어닐링, 질화 처리, 어닐링 분리제 도포, 마무리 어닐링을 행하고, 어닐링 분리제를 수세 제거 후, 절연 피막층을 형성시켜 방향성 전자 강판을 얻었다.

[0236]

얻어진 방향성 전자 강판(규소 강판, 유리 피막(산화물층) 및 절연 피막층을 가짐)의 표면에 레이저 조사를 행하였다. 이때, 레이저 출력이  $200\text{W}$ 의 파이버 레이저를 사용하고, 레이저 조사 직경  $\phi$ 는  $0.2\text{mm}$ , 조사 에너지 밀도는  $1.8\text{mJ}/\text{mm}^2$ 가 되도록 조정하였다. 또한, 주사 방향을 강판의 압연 방향에 대하여  $75$  내지  $105^\circ$ 의 방향으로 하고, 조사 피치(열변형의 압연 방향의 간격)를  $0.5$  내지  $25.0\text{mm}$ 의 범위로 변화시켰다.

[0237]

얻어진 방향성 전자 강판의 규소 강판의, 산화물층과의 계면으로부터 판 두께 방향으로  $5\mu\text{m}$ 의 범위에 있어서의

원 상당 직경이 0.1 내지 3.0 $\mu$ m인 Mg, Al, Si의 1종 이상의 산화물 개수 밀도, 산화물층의 피복률 및 편평 결정립의 평가를 실시예 1과 마찬가지로의 방법으로 행하였다.

[0238] 본 실시예에서는, 산화물층과의 계면으로부터 관 두께 방향으로 5 $\mu$ m의 범위에 있어서의 원 상당 직경이 0.1 내지 3.0 $\mu$ m인 Mg, Al, Si의 1종 이상의 산화물은 스피넬(MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>), 알루미나(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 및 멀라이트(2SiO<sub>2</sub> · 3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)이고, 즉 Mg, Al 및 Si를 포함하는 산화물이었다.

[0239] <자기 특성 측정>

[0240] 실시예 1과 마찬가지로의 방법으로 평가하였다.

[0241] <밀착성>

[0242] 실시예 1과 마찬가지로의 방법으로 측정하였다.

표 4

| 번호  | 브러시               |    |      |          | 반송 속도<br>mpm         | 연삭 방법 |              |           | 용매 |     |     |
|-----|-------------------|----|------|----------|----------------------|-------|--------------|-----------|----|-----|-----|
|     | 브러시<br>물 직경<br>mm | 지립 | 종류   | 누프<br>경도 | 최대<br>입자경<br>$\mu$ m | 연삭면   | 회전 속도<br>mpm | 압입량<br>mm | 축매 | 수정액 | pH  |
| 101 | 300               |    | 알루미나 | 2000     | 80                   | 양면    | 1200         | 2         | 순수 | -   | 6.0 |
| 102 | 300               |    | 알루미나 | 2000     | 80                   | 양면    | 1200         | 2         | 순수 | -   | 6.0 |
| 103 | 300               |    | 알루미나 | 2000     | 80                   | 양면    | 1200         | 2         | 순수 | -   | 6.0 |
| 104 | 300               |    | 알루미나 | 2000     | 80                   | 양면    | 1200         | 2         | 순수 | -   | 6.0 |
| 105 | 300               |    | 알루미나 | 2000     | 80                   | 양면    | 1200         | 2         | 순수 | -   | 6.0 |
| 106 | 300               |    | 알루미나 | 2000     | 80                   | 양면    | 1200         | 2         | 순수 | -   | 6.0 |
| 107 | 300               |    | 알루미나 | 2000     | 80                   | 양면    | 1200         | 2         | 순수 | -   | 6.0 |
| 108 | 300               |    | 알루미나 | 2000     | 80                   | 양면    | 1200         | 2         | 순수 | -   | 6.0 |
| 109 | 300               |    | 알루미나 | 2000     | 80                   | 양면    | 1200         | 2         | 순수 | -   | 6.0 |
| 110 | 300               |    | 알루미나 | 2000     | 80                   | 양면    | 1200         | 2         | 순수 | -   | 6.0 |
| 111 | 300               |    | 알루미나 | 2000     | 80                   | 양면    | 1200         | 2         | 순수 | -   | 6.0 |
| 112 | 300               |    | 알루미나 | 2000     | 80                   | 양면    | 1200         | 2         | 순수 | -   | 6.0 |
| 113 | 300               |    | 알루미나 | 2000     | 80                   | 양면    | 1200         | 2         | 순수 | -   | 6.0 |

[0243]

표 5

| 번호  | 연삭+접촉 후                 |       | 편평 결정립 |           | 모계 강판의, 산화물층과의 계면으로부터 5㎛의 범위의 산화물 |                        | 산화물층  | 레이저 조사         |       |
|-----|-------------------------|-------|--------|-----------|-----------------------------------|------------------------|-------|----------------|-------|
|     | 편면 연삭량 g/m <sup>2</sup> | 표면 외관 | 길이율 %  | 평균 두께의 ㎍m | 종류                                | 밀도 개/(㎍m) <sup>2</sup> | 피복률 % | 압연 방향에 대한 각도 도 | 피치 mm |
| 101 | 1.0                     | 4     | 60     | 1.5       | Mg, Si, Al                        | 0.050                  | 85    | 75             | 4.0   |
| 102 | 1.0                     | 4     | 60     | 1.5       | Mg, Si, Al                        | 0.050                  | 85    | 80             | 4.0   |
| 103 | 1.0                     | 4     | 60     | 1.5       | Mg, Si, Al                        | 0.050                  | 85    | 85             | 4.0   |
| 104 | 1.0                     | 4     | 60     | 1.5       | Mg, Si, Al                        | 0.050                  | 85    | 90             | 4.0   |
| 105 | 1.0                     | 4     | 60     | 1.5       | Mg, Si, Al                        | 0.050                  | 85    | 95             | 4.0   |
| 106 | 1.0                     | 4     | 60     | 1.5       | Mg, Si, Al                        | 0.050                  | 85    | 100            | 4.0   |
| 107 | 1.0                     | 4     | 60     | 1.5       | Mg, Si, Al                        | 0.050                  | 85    | 105            | 4.0   |
| 108 | 1.0                     | 4     | 60     | 1.5       | Mg, Si, Al                        | 0.050                  | 85    | 90             | 0.5   |
| 109 | 1.0                     | 4     | 60     | 1.5       | Mg, Si, Al                        | 0.050                  | 85    | 90             | 1.0   |
| 110 | 1.0                     | 4     | 60     | 1.5       | Mg, Si, Al                        | 0.050                  | 85    | 90             | 8.0   |
| 111 | 1.0                     | 4     | 60     | 1.5       | Mg, Si, Al                        | 0.050                  | 85    | 90             | 15.0  |
| 112 | 1.0                     | 4     | 60     | 1.5       | Mg, Si, Al                        | 0.050                  | 85    | 90             | 20.0  |
| 113 | 1.0                     | 4     | 60     | 1.5       | Mg, Si, Al                        | 0.050                  | 85    | 90             | 25.0  |

표 6

| 번호  | 자기 특성            |                      | 절연 피막<br>밀착성 | 비고  |
|-----|------------------|----------------------|--------------|-----|
|     | 자속 밀도<br>B8<br>T | 철손<br>W17/50<br>W/kg |              |     |
| 101 | 1.92             | 0.76                 | G            | 비교예 |
| 102 | 1.92             | 0.72                 | G            | 실시예 |
| 103 | 1.92             | 0.70                 | G            | 실시예 |
| 104 | 1.92             | 0.68                 | G            | 실시예 |
| 105 | 1.92             | 0.70                 | G            | 실시예 |
| 106 | 1.92             | 0.72                 | G            | 실시예 |
| 107 | 1.92             | 0.76                 | G            | 비교예 |
| 108 | 1.91             | 0.74                 | G            | 비교예 |
| 109 | 1.92             | 0.72                 | G            | 실시예 |
| 110 | 1.92             | 0.69                 | G            | 실시예 |
| 111 | 1.92             | 0.70                 | G            | 실시예 |
| 112 | 1.92             | 0.72                 | G            | 실시예 |
| 113 | 1.93             | 0.76                 | G            | 비교예 |

[0245]

[0246]

표 4 내지 표 6으로부터 알 수 있는 바와 같이, 레이저 조사 조건이 본 발명 범위 외인 경우, 충분히 낮은 철손이 얻어지지 않는 것을 알 수 있다.

### 산업상 이용가능성

[0247]

본 발명에 따르면, 우수한 자기 특성을 갖는 방향성 전자 강판 및 그 제조 방법을 제공할 수 있다. 그 때문에, 산업상 이용 가능성이 높다.

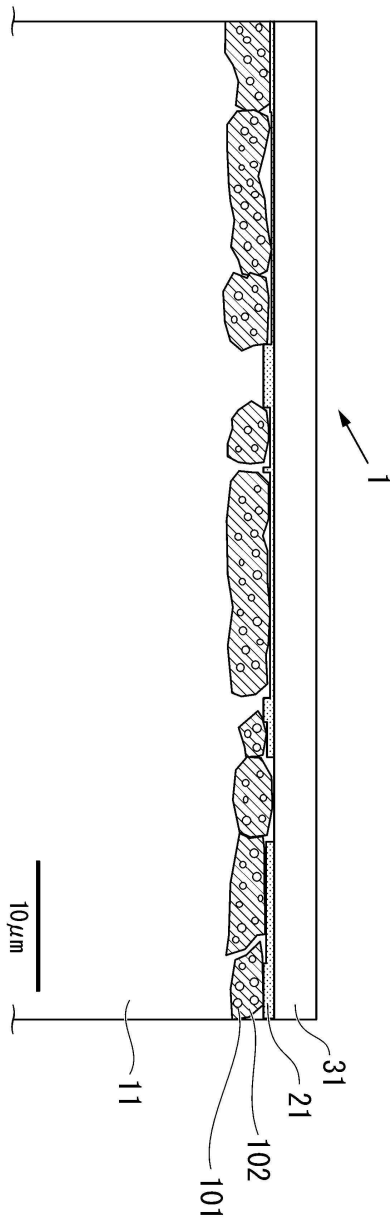
### 부호의 설명

[0248]

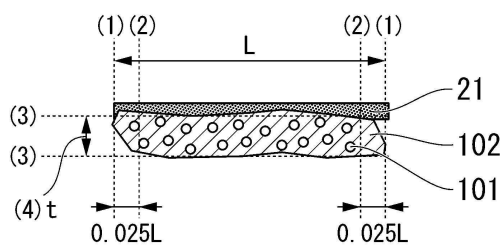
- 1: 방향성 전자 강판
- 11: 규소 강판
- 21: 산화물층
- 31: 절연 피막층
- 101: 산화물 입자
- 102: 편평 결정립

도면

도면1



도면2



도면3

