

(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
2016 年 6 月 2 日(02.06.2016)



(10) 国際公開番号

WO 2016/084378 A1

- (51) 国際特許分類:
C21D 8/12 (2006.01) C22C 38/60 (2006.01)
B21B 1/22 (2006.01) H01F 1/16 (2006.01)
C22C 38/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/005879
- (22) 国際出願日: 2015 年 11 月 26 日(26.11.2015)
- (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 2014-240500 2014 年 11 月 27 日(27.11.2014) JP
- (71) 出願人: J F E スチール株式会社(JFE STEEL CORPORATION) [JP/JP]; 〒1000011 東京都千代田区幸町二丁目 2 番 3 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 早川 康之(HAYAKAWA, Yasuyuki); 〒1000011 東京都千代田区幸町二丁目 2 番 3 号 J F E スチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 植野 雅康(UENO, Masayasu); 〒1000011 東京都千代田区幸町二丁目 2 番 3 号 J F E スチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP).

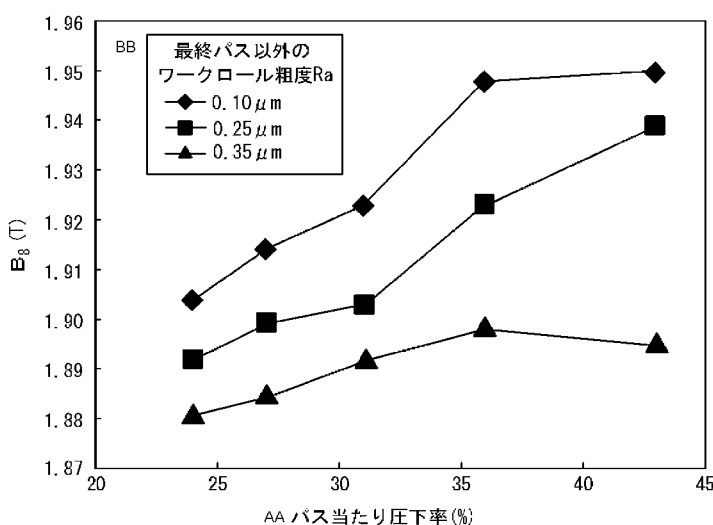
- (74) 代理人: 杉村 憲司(SUGIMURA, Kenji); 〒1000013 東京都千代田区霞が関三丁目 2 番 1 号 霞が関コモンゲート西館 3 6 階 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

[続葉有]

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

(54) 発明の名称: 方向性電磁鋼板の製造方法

FIG. 1



AA Draft (%) per pass
BB Roughness Ra of work roll in passes other than final pass

(57) Abstract: During manufacturing of an oriented electromagnetic steel sheet by an inhibitor-less method, in a cold rolling step, the total cold rolling draft in the final cold rolling is set to 85% or greater, the draft in each pass of the final cold rolling is set to 32% or greater, and a work roll having a surface roughness Ra of 0.25 μm or less is used in at least one pass other than the final pass in the final cold rolling, and it is thereby possible to stably manufacture an oriented electromagnetic steel sheet having low cost and excellent magnetic characteristics.

(57) 要約: インヒビターレス法による方向性電磁鋼板の製造に際し、冷間圧延工程において、最終の冷間圧延における総冷延圧下率を 85%以上とし、該最終の冷間圧延の各パスでの圧下率をそれぞれ 32%以上とし、さらに該最終の冷間圧延における最終パス以外の少なくとも 1 パスで、表面粗さ Ra が 0.25 μm 以下のワークロールを使用することにより、低コストで磁気特性に優れた方向性電磁鋼板を安定して製造することができる。

WO 2016/084378 A1

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称： 方向性電磁鋼板の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、優れた磁気特性を有する方向性電磁鋼板を安価に得ることができる方向性電磁鋼板の製造方法に関するものである。

背景技術

[0002] 方向性電磁鋼板は、変圧器や発電機の鉄心材料として用いられる軟磁性材料で、鉄の磁化容易軸である<001>方位が鋼板の圧延方向に高度に揃った結晶組織を有するものである。このような結晶組織（集合組織）は、方向性電磁鋼板の製造工程中、二次再結晶焼鈍の際に、いわゆるゴス（Goss）方位と称される(110)[001]方位の結晶粒を優先的に巨大成長させる、二次再結晶を通じて形成される。

[0003] 従来、このような方向性電磁鋼板は、以下のような手順で製造されてきた（例えば、特許文献1、特許文献2、特許文献3）。

すなわち、4.5mass%以下程度のSiと、MnS、MnSe、AlNなどのインヒビター成分を含有するスラブを、1300℃超に加熱して、インヒビター成分を一旦固溶させたのち、熱間圧延を施して熱延板とする。この熱延板に、熱延板焼鈍を施しまたは施すことなしに、1回または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延を施して最終板厚の冷延板とする。ついで、この冷延板に、湿潤水素雰囲気中で脱炭・一次再結晶焼鈍を施して一次再結晶および脱炭を行う。その後、得られた鋼板の表面にマグネシア（MgO）を主剤とする焼鈍分離剤を塗布してから、二次再結晶およびインヒビター成分の純化のために、1200℃で5 h程度の最終仕上焼鈍を行って製品とする。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：米国特許第1 9 6 5 5 5 9号明細書

特許文献2：特公昭4 0－1 5 6 4 4号公報

特許文献3：特公昭51-13469号公報

特許文献4：特開2000-129356号公報

特許文献5：特許第3873309号公報

特許文献6：特開昭59-38326号公報

特許文献7：特開平2-175010号公報

特許文献8：特開平11-199933号公報

特許文献9：特開2011-143440号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] 上述したとおり、従来の方向性電磁鋼板の製造に際しては、MnS、MnSe、AlNなどの析出物（インヒビター成分）をスラブ段階で含有させ、1300℃を超える高温でのスラブ加熱によってこれらのインヒビター成分を一旦固溶させたのち、後工程でインヒビターとして微細析出させ、このインヒビターを利用して二次再結晶を発現させるという工程が採用されてきた。

[0006] すなわち、従来の方向性電磁鋼板の製造工程では、1300℃を超える高温でのスラブ加熱が不可欠であったため、その製造コストは極めて高いものとならざるを得ず、近年の製造コスト低減の要求に応えることができないという問題があった。

[0007] この問題に対し、特許文献4には、インヒビター成分を含有させなくとも二次再結晶を発現させることができる技術（インヒビターレス法）が開示されている。この技術は、従来の方向性電磁鋼板の製造方法と全く技術思想を異にするものである。

すなわち、従来の方向性電磁鋼板がMnS、AlN、MnSeなどの析出物（インヒビター）を利用して、二次再結晶を発現させていたのに対して、インヒビターレス法は、これらインヒビターを用いず、むしろ、高純度化することにより、テクスチャー（集合組織）を制御して、二次再結晶を発現させる技術である。

このインヒビターレス法では、高温のスラブ加熱や高温長時間の二次再結

晶焼鈍が不要であることから、低コストでの方向性電磁鋼板の製造が可能となった。

[0008] しかしながら、上記のインヒビターレス法は、低コストで製造できる利点はあるものの、磁気特性のレベルとその安定性は必ずしも良好であるとは言えなかった。

[0009] 本発明は、上記の問題を有利に解決するもので、方向性電磁鋼板の製造過程において高温でのスラブ加熱を施す必要がなく、従って低コストで、しかも磁気特性に優れた方向性電磁鋼板を得ることができる、インヒビターレス法による方向性電磁鋼板の製造方法を提案することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0010] 以前、発明者らは、ゴス方位粒が二次再結晶する理由について研究を重ねた。

その結果、発明者らは、ゴス方位粒が優先的に二次再結晶するためには、一次再結晶組織におけるゴス方位との方位差角が $20\sim 45^\circ$ の範囲にある粒界が重要な役割を果たしていることを発見し、Acta Material (45巻(1997)1285ページ)において報告した。

[0011] さらに、発明者らは、方向性電磁鋼板の二次再結晶直前の状態である一次再結晶組織を解析し、様々な結晶方位を持つ各結晶粒の周囲の粒界について、粒界方位差角を調査したところ、ゴス方位粒周囲において、方位差角： $20\sim 45^\circ$ の粒界の存在頻度が最も高いことを見出した。

[0012] また、C. G. Dunn らによる実験データ (AIME Transaction 188 巻 (1949) 368ページ) によれば、方位差角： $20\sim 45^\circ$ の粒界は、高エネルギー粒界である。この高エネルギー粒界は、粒界内の自由空間が大きく乱雑な構造をしている。そして、粒界拡散は、粒界を通じて原子が移動する現象なので、粒界中の自由空間の大きい高エネルギー粒界の方が粒界拡散は速い。

ここに、インヒビターを用いた場合のゴス方位粒の成長は、仕上げ焼鈍中に起こるが、これは、高エネルギー粒界の拡散が速いため、高エネルギー粒界上の析出物のピン止めが優先的に外れ、粒界移動を開始してゴス粒が成長

すると考えられている。

[0013] 発明者らは、この研究をさらに発展させて、ゴス方位粒の二次再結晶の発現の本質的要因は、一次再結晶組織中の高エネルギー粒界の分布状態にあり、インヒビターの役割は、高エネルギー粒界と他の粒界の移動速度差を生じさせることにあることを見出した。したがって、この理論に従えば、インヒビターを用いなくとも、粒界間に移動速度差を生じさせることができれば、二次再結晶を発現させることが可能となる。

[0014] ここに、鋼中に存在する不純物元素は、粒界、特に高エネルギー粒界に偏析しやすいので、不純物元素を多く含む場合には、高エネルギー粒界と他の粒界の移動速度に差がなくなっているものと考えられる。しかしながら、素材を高純度化すれば、このような不純物元素の影響を排除することができるので、高エネルギー粒界の構造に依存する本来的な移動速度差が顕在化して、ゴス方位粒の二次再結晶が可能になるものと考えられる。

[0015] そこで、発明者らは、磁気特性のレベルとその安定性が不十分であるというインヒビターレス法における問題を解決するために、鋼素材の高純度化と共に、一次再結晶集合組織を制御することによって、良好な二次再結晶を起こさせる方法について鋭意検討を重ねた。

[0016] その結果、最終の冷間圧延における総圧下率（以下、総冷延圧下率ともいう）と、最終冷間圧延時の1パス当たりの圧下率を共に高めること、かつ圧延機ワークロールの表面粗さを低減することによって、一次再結晶集合組織を改善し、磁気特性の向上が図れることを見出した。

以下、本発明の基礎となった実験結果について説明する。

[0017] （実験1）

質量%および質量ppmで、C：0.03%、Si：3.2%、Mn：0.08%、P：0.05%、Cu：0.10%、Sb：0.03%、sol.Al：60ppm、N：30ppm、S：20ppm、Se：1ppmおよびO：12ppmを含有し、残部はFeおよび不可避免の不純物の組成になる連铸スラブを、1220℃に加熱後、熱間圧延して、板厚：2.5mmの熱延板とした。ついで、熱延板に、1050℃で30秒の熱延板焼鈍を施したのち。リバー

式の圧延機を用いて冷間圧延を施し、冷延板とした、この冷間圧延に際しては、各パス当たりの圧下率は一定として、表 1 に示すように、パス回数とワークロールの表面平均粗さRa（以下、単に表面粗さRaともいう）を種々に変化させる条件で行った。冷間圧延の最終パスについては、いずれも表面粗さRaが $0.10\mu\text{m}$ のワークロールを用いて、圧延後での鋼板の表面粗さRaはほぼ同じとなるようにした。なお、表 1 中、1 パス目のワークロールの表面粗さRaは圧延前の欄に、2 パス目のワークロールの表面粗さRaは 1 パス後の欄に記載し、以降同様に記載している。

冷間圧延後、得られた冷延板に、 840°C で120秒間均熱する脱炭焼鈍を、水素分圧：55vol%、窒素分圧：45vol%、露点： 55°C の条件で行って、脱炭焼鈍板とした。脱炭焼鈍後にX線回折を用いて、脱炭焼鈍板の集合組織を調査した。なお、以下、本明細書において、水素分圧および窒素分圧にかかる％表示はvol％を意味する。

上記の脱炭焼鈍板から切り出したサンプルの表面に、MgOを主剤とする焼鈍分離剤を $12.5\text{g}/\text{m}^2$ 塗布し、乾燥した。ついで、 800°C までを $15^{\circ}\text{C}/\text{h}$ の昇温速度で昇温し、 $800\sim 850^{\circ}\text{C}$ 間の昇温速度を $5^{\circ}\text{C}/\text{h}$ とし、 850°C で50時間保定した。その後、 1180°C まで昇温速度： $15^{\circ}\text{C}/\text{h}$ で昇温し、 1180°C に5 h 保定する二次再結晶焼鈍を施した。なお、二次再結晶焼鈍における雰囲気ガスは、 850°C までは N_2 ガス、 850°C 以上は H_2 ガスとした。

[0018]

[表1]

表1													
実験 No.	パス数	条件	圧延前	1パス後	2パス後	3パス後	4パス後	5パス後	6パス後	7パス後	8パス後	備考	
1	4パス	板厚(mm)	2.5	1.43	0.81	0.46	0.26	—	—	—	—	パス当たり 圧下率 :43%	
		ワークロー ルRa(μm)	0.1	0.1	0.1	0.1	—	—	—	—	—		
2		板厚(mm)	2.5	1.43	0.81	0.46	0.26	—	—	—	—		
		ワークロー ルRa(μm)	0.25	0.25	0.25	0.1	—	—	—	—	—		
3		板厚(mm)	2.5	1.43	0.81	0.46	0.26	—	—	—	—		
		ワークロー ルRa(μm)	0.35	0.35	0.35	0.1	—	—	—	—	—		
4	5パス	板厚(mm)	2.5	1.6	1.02	0.66	0.42	0.26	—	—	—	パス当たり 圧下率 :36%	
		ワークロー ルRa(μm)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	—	—	—	—		
5		板厚(mm)	2.5	1.6	1.02	0.66	0.42	0.26	—	—	—		
		ワークロー ルRa(μm)	0.25	0.25	0.25	0.25	0.1	—	—	—	—		
6		板厚(mm)	2.5	1.6	1.02	0.66	0.42	0.26	—	—	—		
		ワークロー ルRa(μm)	0.35	0.35	0.35	0.35	0.1	—	—	—	—		
7	6パス	板厚(mm)	2.5	1.73	1.19	0.82	0.57	0.39	0.26	—	—	パス当たり 圧下率 :31%	
		ワークロー ルRa(μm)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	—	—	—		
8		板厚(mm)	2.5	1.73	1.19	0.82	0.57	0.39	0.26	—	—		
		ワークロー ルRa(μm)	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.1	—	—	—		
9		板厚(mm)	2.5	1.73	1.19	0.82	0.57	0.39	0.26	—	—		
		ワークロー ルRa(μm)	0.35	0.35	0.35	0.35	0.35	0.35	—	—	—		
10	7パス	板厚(mm)	2.5	1.83	1.33	0.97	0.71	0.52	0.38	0.26	—	パス当たり 圧下率 :27%	
		ワークロー ルRa(μm)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	—	—		
11		板厚(mm)	2.5	1.83	1.33	0.97	0.71	0.52	0.38	0.26	—		
		ワークロー ルRa(μm)	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.1	—	—		
12		板厚(mm)	2.5	1.83	1.33	0.97	0.71	0.52	0.38	0.26	—		
		ワークロー ルRa(μm)	0.35	0.35	0.35	0.35	0.35	0.35	0.1	—	—		
13	8パス	板厚(mm)	2.5	1.9	1.44	1.1	0.83	0.63	0.48	0.37	0.26	パス当たり 圧下率 :24%	
		ワークロー ルRa(μm)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	—		
14		板厚(mm)	2.5	1.9	1.44	1.1	0.83	0.63	0.48	0.37	0.26		
		ワークロー ルRa(μm)	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.1	—		
15		板厚(mm)	2.5	1.9	1.44	1.1	0.83	0.63	0.48	0.37	0.26		
		ワークロー ルRa(μm)	0.35	0.35	0.35	0.35	0.35	0.35	0.35	0.1	—		

[0019] 図1に、冷間圧延におけるパス当たりの圧下率と二次再結晶焼鈍後の磁束密度との関係を、最終パスを除いたワークロールの表面粗さRaをパラメータとして示す。

図1によると、冷間圧延におけるパス当たりの圧下率を35%以上に高め、かつ最終パスを除いたワークロールの表面粗さRaを低下させることで、著しく磁束密度が向上することが分かる。

[0020] 図2に、冷間圧延におけるパス当たりの圧下率と脱炭焼鈍板における結晶粒の主方位である{554}<225>の強度との関係を、最終パスを除いたワークロールの表面粗さRaをパラメータとして示す。

図2によると、冷間圧延におけるパス当たりの圧下率を35%以上に高め、かつ最終パスを除いたワークロールの表面粗さRaを低下させることで、結晶粒の主方位である{554}<225>強度が著しく向上することが分かる。

[0021] 図3に、冷間圧延におけるパス当たりの圧下率とゴス方位強度との関係を示す。最終パスを除いたワークロールの表面粗さRaをパラメータとして示す。

図3によると、冷間圧延におけるパス当たりの圧下率を高め、かつ最終パスを除いたワークロールの表面粗さを低下させることで、ゴス方位強度は低下する傾向が認められるが、その変化量は僅かであることが分かる。

[0022] (実験2)

次に、実験1と同じ成分の連铸スラブを、1220℃に加熱後、熱間圧延して板厚：2.5mmの熱延板とした。ついで、熱延板に1050℃で30秒の熱延板焼鈍を施したのち、リバース式の圧延機を用いて冷間圧延を施し、冷延板とした。この冷間圧延に際しては、各パス当たりの圧下率とワークロール表面粗さ(Ra：0.10μm)は一定として、表2に示すように、パス回数を変化させて総圧下率を変更する条件で行った。なお、表2中、1パス目のパス当たり圧下率とワークロールの表面粗さRaは圧延前の欄に、2パス目のパス当たり圧下率とワークロールの表面粗さRaは1パス後の欄に記載し、以降同様に記載している。

冷間圧延後、得られた冷延板に、840℃で120秒間均熱する脱炭焼鈍を、水素分圧：55%、窒素分圧：45%、露点：55℃の条件で行って、脱炭焼鈍板とした。

上記の脱炭焼鈍板から切り出したサンプルの表面に、MgOを主剤とし、硫酸マグネシウムを8質量%含有する焼鈍分離剤を12.5g/m²塗布し、乾燥した。ついで、800℃までを15℃/hの昇温速度で昇温し、800～850℃間の昇温速度を5℃/hとし、850℃で50時間保定した。その後、1180℃まで昇温速度：15℃/hで昇温し、1180℃に5h保定する二次再結晶焼鈍を施した。なお、二次再結晶焼鈍における雰囲気ガスは、850℃まではN₂ガス、850℃以上はH₂ガスとした。

[0023] [表2]

表2

試験No.	総パス数	板厚(mm)							備考
		圧延前	1パス後	2パス後	3パス後	4パス後	5パス後	6パス後	
1	4パス	2.5	1.6	1.02	0.66	0.42	—	—	パス当たり圧下率:36% 総冷延圧下率:83.2%
2	5パス	2.5	1.6	1.02	0.66	0.42	0.27	—	パス当たり圧下率:36% 総冷延圧下率:89.3%
3	6パス	2.5	1.6	1.02	0.66	0.42	0.27	0.17	パス当たり圧下率:36% 総冷延圧下率:93.1%
4	4パス	2.5	1.68	1.12	0.75	0.5	—	—	パス当たり圧下率:33% 総冷延圧下率:79.8%
5	5パス	2.5	1.68	1.12	0.75	0.5	0.34	—	パス当たり圧下率:33% 総冷延圧下率:86.5%
6	6パス	2.5	1.68	1.12	0.75	0.5	0.34	0.23	パス当たり圧下率:33% 総冷延圧下率:91.0%

[0024] 図4に、二次再結晶焼鈍後の磁束密度を示す。

図4によれば、表面粗さRaを低下させたワークロールを用い、かつパス当たりの圧下率を高くした場合でも、総冷延圧下率が低い場合は磁束密度が低下した。すなわち、図4によると、良好な磁束密度が得られるのは総冷延圧下率が85%以上の場合である。

従来のインヒビターを使用する技術の冷間圧延技術としては、特許文献5の図2中に示されるように、パス回数を増加させること、すなわちパス当たりの圧下率を低下させることで磁束密度が向上する知見が得られている。その理由として、鋼板表面から板厚の内部寄りに{110}<001>方位粒が存在する頻度、すなわちゴス方位粒の存在頻度は冷間圧延後に高まることが開示されている。

[0025] 本発明によるインヒビターレス技術では、図1に示したように、冷間圧延におけるパス当たりの圧下率を高めることで磁束密度が向上した。その理由は、図2に示したように、脱炭焼鈍板において、結晶粒の主方位である{554}<225>方位の強度が増加したことが挙げられる。{554}<225>方位は、ゴス方位との方位差で30°である。すなわち、本発明によるインヒビターレス技術では、方位差角20~45°の高エネルギー粒界となる範囲の結晶粒が増加したため、ゴス方位粒の二次再結晶が促進され、鋼板の磁束密度が向上したものと考えられる。

[0026] また、図3に示したように、脱炭焼鈍板においてゴス方位強度の変化は僅

かであった。この理由は、インヒビターレス技術では、最終の冷間圧延前で結晶粒が粗大化しやすいことが挙げられる。すなわち、最終の冷間圧延前での結晶粒が粗大であると、インヒビターの存在で最終の冷間圧延前での結晶粒が微細に保たれるインヒビターを使用する技術に比べて、結晶粒の粒内から形成されると考えられるゴス方位粒の形成が容易に進行するものと考えられる。

そのため、冷間圧延におけるパス当たりの圧下率、さらには総冷延圧下率を高めた場合であっても、ゴス方位強度の減少が食い止められると考えられる。そして、高冷延圧下率化による{554}<225>方位粒の増加が、ゴス方位粒の二次再結晶に対して有利に働くものと考えられる。これは、インヒビターレス技術に特有な現象といえる。

[0027] 次に、最終の冷間圧延におけるワークロールの表面粗さについての知見について述べる。

鋼板の表面粗さが磁気特性に影響を及ぼすことは公知であり、特許文献6に開示されているように、鋼板表面を平滑化、すなわち表面粗さRaを0.35以下とすることで磁気特性が改善することは既に知られている。そして、その目的で最終の冷間圧延の最終パスでは、Raが0.35以下のブライトロールを使用することが一般的になっている。

[0028] また、最終の冷間圧延の前段の圧延では摩擦係数を高めて、せん断力によりゴス方位強度を高めることが有効であることがよく知られている。

例えば、特許文献7には、Raが0.30以上のスクラッチダルロールを使用する技術が開示されている。また、特許文献8には、第2回目の冷間圧延における第1スタンドのロール表面粗さを $1.0\mu\text{mRa}$ 以上として、第2スタンド以降に傾斜研磨ロールを使用する技術が開示されている。さらに、特許文献9には、最終冷間圧延における1パス以上を、ロール周方向に対して 2° 以上 90° 未満傾斜した研磨目と、上記研磨目とは逆向きに 0° 以上 90° 未満傾斜した研磨目とからなるクロス研磨目を有するワークロールを使用して摩擦力を高める技術が開示されている。

[0029] ここで、本発明では、最終の冷間圧延における最終パスのみでなく、最終パスの前段のワークロールの表面粗さを低減することによって、鋼板の磁気特性が向上させている。これに対し、インヒビターを使用する技術では、最終パス以外のパスは高摩擦圧延でゴス方位を増加させる圧延方法の方が有利であるとされていた。

この違いは、インヒビターレス技術では、冷間圧延時にゴス方位粒が容易に形成されるため、むしろワークロールの表面粗さを低減し、摩擦力を低減して、脱炭焼鈍板における{554}<225>方位粒の存在強度を高めることが、磁気特性の向上に対して有利に働くからと考えられる。これも、前述したパス当たりの圧下率の効果同様、インヒビターレス技術に特有な現象と考えられる。

本発明は、上記した2つの実験による知見に基づき完成されたものである。

[0030] すなわち、本発明の要旨構成は次のとおりである。

1. 質量%で、C : 0.08%以下、Si : 4.5%以下およびMn : 0.5%以下を含有すると共に、質量ppmで、S、SeおよびOをそれぞれ50ppm未満、Nを60ppm未満、sol.Alを100ppm未満に抑制し、残部はFeおよび不可避免の不純物の組成からなる鋼スラブを、加熱した後、熱間圧延を施して熱延板とし、該熱延板に熱延板焼鈍を施しまたは施すことなく、1回または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延を施して最終板厚の冷延板とし、ついで冷延板に脱炭焼鈍を施して脱炭焼鈍板としたのち、該脱炭焼鈍板の表面にMgOを主体とする焼鈍分離剤を塗布してから、二次再結晶焼鈍を施す一連の工程よりなる方向性電磁鋼板の製造方法において、

上記冷間圧延工程の最終の冷間圧延において総冷延圧下率を85%以上とし、該最終の冷間圧延の各パスでの圧下率をそれぞれ32%以上とし、さらに該最終の冷間圧延における最終パス以外の少なくとも1パス以上で、表面平均粗さRa : 0.25 μ m以下のワークロールを使用することを特徴とする方向性電磁鋼板の製造方法。

- [0031] 2. 前記最終の冷間圧延開始前、該最終の冷間圧延に供する鋼板の板幅両エッジ部の温度を100℃以上に加熱することを特徴とする前記1記載の方向性電磁鋼板の製造方法。
- [0032] 3. 前記脱炭焼鈍工程の昇温中、500～700℃間の昇温速度を50℃/s以上とすることを特徴とする前記1または2記載の方向性電磁鋼板の製造方法。
- [0033] 4. 前記鋼スラブが、さらに質量%で、Ni : 0.01～1.50%、Sn : 0.03～0.20%、Sb : 0.01～0.20%、P : 0.02～0.20%、Cu : 0.05～0.50%、Cr : 0.03～0.50%、Mo : 0.008～0.50%およびNb : 0.0010～0.0100%のうちから選んだ1種または2種以上を含有する前記1～3のいずれかに記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

発明の効果

- [0034] 本発明によれば、磁気特性に優れた方向性電磁鋼板を、工業的に安定してかつ安価に製造することが可能となり、その工業的価値は極めて高い。

図面の簡単な説明

- [0035] [図1]冷間圧延におけるパス当たり圧下率と二次再結晶焼鈍後の磁束密度の関係を示した図である。
- [図2]冷間圧延におけるパス当たり圧下率と脱炭焼鈍板の{554}<225>方位粒強度との関係を示した図である。
- [図3]冷間圧延におけるパス当たり圧下率と脱炭焼鈍板のゴス方位強度との関係を示した図である。
- [図4]総冷延圧下率と二次再結晶焼鈍後の鋼板の磁束密度との関係を示した図である。

発明を実施するための形態

- [0036] 以下、本発明を具体的に説明する。

まず、本発明において鋼スラブの成分組成を上記の範囲に限定した理由について説明する。なお、本発明において、成分組成に関する「%」、「ppm」表示は特に断らない限り質量%および質量ppmを意味するものとする。また、

鋼板やスラブの成分組成の残部は、Feおよび不可避免の不純物である。

C : 0.08%以下

Cは、一次再結晶集合組織を改善する上で有用な元素であるが、含有量が0.08%を超えるとかえって一次再結晶集合組織の劣化を招くので、C量は0.08%以下に限定した。磁気特性の観点から望ましい添加量は、0.01~0.06%の範囲である。なお、要求される磁気特性のレベルがさほど高くない場合には、一次再結晶焼鈍における脱炭を省略あるいは簡略化するために、Cを0.01%以下としてもよい。この場合におけるC量の下限值に制限はないが、工業的には0.003%程度が好ましい。

[0037] Si : 4.5%以下

Siは、電気抵抗を高めることによって鉄損を改善する有用元素であるが、含有量が4.5%を超えると冷間圧延性が著しく劣化するので、Si量は4.5%以下に限定した。鉄損の観点から望ましいSi量は、2.0~4.5%の範囲である。なお、要求される鉄損レベルによっては、Siを添加しなくてもよい。

[0038] Mn : 0.5%以下

Mnは、製造時における熱間加工性を向上させる効果があるが、含有量が0.5%を超えた場合には、一次再結晶集合組織が悪化して磁気特性の劣化を招くので、Mn量は0.5%以下に限定した。なお、Mnの下限值に制限はないが、工業的には0.05%程度が好ましい。

[0039] S、SeおよびO : それぞれ50ppm未満

S、SeおよびO量がそれぞれ50ppm以上になると、二次再結晶が困難になる。この理由は、粗大な酸化物や、スラブ加熱によって粗大化したMnS、MnSeが一次再結晶組織を不均一にするためである。従って、S、SeおよびOはいずれも、50ppm未満に抑制するものとした。

[0040] N : 60ppm未満

Nもまた、SやSe、Oと同様、過剰に存在すると、二次再結晶が困難になる。特にN量が60ppm以上になると、二次再結晶が生じ難くなり、磁気特性が劣化するので、Nは60ppm未満に抑制するものとした。

[0041] sol.Al : 100ppm未満

Alもまた、過剰に存在すると二次再結晶が困難になる。特に、sol.Al量が100ppmを超えると、低温スラブ加熱の条件では二次再結晶し難くなり、磁気特性が劣化するので、Alはsol.Al量で100ppm未満に抑制するものとした。なお、Al量の下限值に制限はないが、工業的には0.003%程度が好ましい。

[0042] 以上、必須成分について説明したが、本発明では、磁気特性を改善する成分として、以下の元素を適宜含有させることができる。

Ni : 0.01~1.50%

Niは、熱延板組織の均一性を高めることにより、磁気特性を改善する働きがある。そのためには、Niを0.01%以上含有させることが好ましいが、含有量が1.50%を超えると二次再結晶が困難となり、磁気特性が劣化するので、Niは0.01~1.50%の範囲で含有させることが望ましい。

[0043] Sn : 0.03~0.20%

Snは、二次再結晶焼鈍中の鋼板の窒化や酸化を抑制し、良好な結晶方位を有する結晶粒の二次再結晶を促進して磁気特性、特に鉄損を効果的に向上させる働きがある。そのためには、Snを0.03%以上含有させることが好ましいが、0.20%を超えて含有されると冷間圧延性の劣化を招くので、Snは0.03~0.20%の範囲で含有させることが望ましい。

[0044] Sb : 0.01~0.20%

Sbは、二次再結晶焼鈍中の鋼板の窒化や酸化を抑制し、良好な結晶方位を有する結晶粒の二次再結晶を促進して磁気特性を効果的に向上させる有用元素である。その目的のためには、Sbを0.01%以上含有させることが好ましいが、0.20%を超えて含有されると冷間圧延性が劣化するので、Sbは0.01~0.20%の範囲で含有させることが望ましい。

[0045] P : 0.02~0.20%

Pは、一次再結晶集合組織を改善し、良好な結晶方位を有する結晶粒の二次再結晶を促進して磁気特性を効果的に向上させる有用元素である。その目的のためには、Pを0.02%以上含有させることが好ましいが、0.20%を超え

て含有されると冷間圧延性が劣化するので、Pは0.02～0.20%の範囲で含有させることが望ましい。

[0046] Cu : 0.05～0.50%

Cuは、二次再結晶焼鈍中の鋼板の窒化や酸化を抑制し、良好な結晶方位を有する結晶粒の二次再結晶を促進して磁気特性を効果的に向上させる働きがある。そのためには、Cuを0.05%以上含有させることが好ましいが、0.50%を超えて含有されると熱間圧延性の劣化を招くので、Cuは0.05～0.50%の範囲で含有させることが望ましい。

[0047] Cr : 0.03～0.50%

Crは、フォルステライト下地被膜の形成を安定化させる働きがある。そのためには、Crを0.03%以上含有させることが好ましいが、一方で含有量が0.50%を超えると二次再結晶が困難となり、磁気特性が劣化するので、Crは0.03～0.50%の範囲で含有させることが望ましい。

[0048] Mo : 0.008～0.50%

Moは、高温酸化を抑制し、ヘゲと呼ばれる表面欠陥の発生を減少させる働きがある。そのためには、Moを0.008%以上含有させることが好ましいが、含有量が0.50%を超えると冷間圧延性が劣化するので、Moは0.008～0.50%の範囲で含有させることが望ましい。

[0049] Nb : 0.0010～0.0100%

Nbは、一次再結晶粒の成長を抑制し、良好な結晶方位を有する結晶粒の二次再結晶を促進して磁気特性を向上させる有用元素である。そのためには、Nbを0.0010%以上含有することが望ましいが、0.0100%を超えて含有されると地鉄中に残留して鉄損を劣化させるので0.0010～0.0100%の範囲で含有させることが望ましい。

[0050] 次に、本発明の製造方法について説明する。

上記の成分組成範囲に調整した鋼スラブを、再加熱することなくあるいは再加熱したのち、熱間圧延に供して熱延板とする。なお、スラブを再加熱する場合には、再加熱温度は1000℃以上、1300℃以下程度とすることが望まし

い。というのは、1300℃を超えるスラブ加熱は、スラブ中にインヒビターを含まない本発明では無意味で、コストアップとなるだけでなく結晶粒の巨大化により磁気特性は大きく劣化し、一方1000℃未満では、圧延荷重が高くなって鋼板の圧延が困難となるからである。

[0051] ついで、熱延板に、熱延板焼鈍を施したのち、または熱延板焼鈍を施さずに、1回の冷間圧延あるいは中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延を施して、最終板厚の冷延板とする。

本発明では、上記した1回の冷間圧延あるいは中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延のうち、最終の冷間圧延における総冷延圧下率を85%以上とし、かつ最終の冷間圧延の各パスでの圧下率を32%以上とすることが、磁気特性を向上させる上で最も重要である。なお、最終の冷間圧延における各パスの好適圧下率は35%以上である。

総冷延圧下率および各パスでの圧下率が上記した規定値に満たないと、一次再結晶集合組織の方位集積度が低下して磁気特性が劣化する。なお、上限値は特に定めないが、総冷延圧下率は92%程度、各パスでの圧下率は60%程度とする。これらの上限値を超えると、圧延荷重が増加し、圧延自体が困難になる他、耳割れ等の欠陥や圧延中での破断の確率が上昇する不都合が生じるおそれがある。

[0052] さらに、磁気特性を安定して向上させるためには、最終の冷間圧延における最終パス以外の少なくとも1パスで、表面粗さRaが $0.25\mu\text{m}$ 以下のワークロールを使用することが重要である。というのは、表面粗さRaが $0.25\mu\text{m}$ を超えるワークロールを使用した場合には、圧延時の摩擦力が高まって、一次再結晶集合組織の方位集積度が低下し、磁気特性の向上量が僅かとなるからである。なお、表面粗さRaの下限値は特に定めないが、圧延性の観点から $0.03\mu\text{m}$ 程度とする。

[0053] 本発明では、上述したとおり、最終の冷間圧延における総冷延圧下率およびパス当たりの圧下率を共に高める必要があるが、一方で冷間圧延時に耳割れ発生のおそれが高まる。かような耳割れ発生の頻度を低くするためには、

最終の冷間圧延開始前、最終の冷間圧延に供する鋼板の板幅方向の両エッジ部（以下、単に板幅両エッジ部という）の温度を100℃以上に加熱することが有利である。板幅両エッジ部の温度が100℃未満であると、脆性改善効果が不十分となり耳割れ発生の低減が不十分となる。なお、板幅両エッジ部の加熱温度の上限値は特に定めないが、生産性の観点から400℃程度とする。

また、この冷間圧延は、常温で行ってもよいが、常温より高い温度たとえば200℃程度に鋼板温度を上げて圧延する温間圧延とすることが、集合組織および割れ発生防止の点で有利である。

[0054] ついで、最終冷間圧延後の冷延板に脱炭焼鈍を施す。

この脱炭焼鈍の第一の目的は、冷延板を一次再結晶させて、二次再結晶に最適な一次再結晶集合組織に調整することである。そのためには、脱炭焼鈍の焼鈍温度は800℃以上、950℃未満程度とすることが望ましい。この時の焼鈍雰囲気は、湿水素窒素あるいは湿水素アルゴン雰囲気とすることが望ましい。

[0055] また、脱炭焼鈍の第二の目的は、鋼板からの脱炭である。鋼板中に炭素が50ppm超含まれると、鉄損が劣化するので、炭素は50ppm以下まで低減することが望ましい。

[0056] さらに、脱炭焼鈍の第三の目的は、フォーステライトを主体とする下地被膜の原料となる、 SiO_2 の内部酸化層からなるサブスケールを形成することである。

[0057] 本発明では、サブスケールを適正な範囲に制御した後、一次再結晶粒を二次再結晶発現のために好適な粒径に調整し、さらに磁気特性を向上させるためには、脱炭焼鈍の後段で最高到達温度に到達させることが有効である。脱炭焼鈍の後段の温度を高める場合には、酸素目付量を過剰にしないために露点を極力低下させることが好ましい。なお、最高到達温度は860℃以上とし、また $P(\text{H}_2\text{O})/P(\text{H}_2)$ で定義される雰囲気酸化性は0.10以下とすることが適当である。

[0058] なお、サブスケールを適正に形成させるためには、脱炭焼鈍の均熱温度を8

20～860℃、雰囲気酸化性を0.20～0.50の範囲にそれぞれ制御することが有効である。

[0059] また、脱炭焼鈍の前段の温度および脱炭焼鈍時の昇温速度の好適条件について述べると次のとおりである。

すなわち、脱炭焼鈍の前段温度が800℃未満であると酸化反応、脱炭反応が十分に進まないで、必要な鋼中酸化量を確保することができず、また脱炭を完了させることができない。

また、脱炭焼鈍の昇温中、500～700℃間の昇温速度を50℃/s以上とすることで、鉄損を改善することができる。ごきため、脱炭焼鈍の昇温中、500～700℃間の昇温速度を50℃/s以上とすることが好ましい。なお、500～700℃間の昇温速度の温度の上限値は特に定めないが、生産性の観点から500℃/s程度とする。

[0060] さらに、本発明では、脱炭焼鈍後、鋼板の表面にマグネシア (MgO) を主剤とする焼鈍分離剤を塗布したのち、常法に従って二次再結晶焼鈍を施す。

また、本発明では、脱炭焼鈍後、二次再結晶完了までの間に、一層の磁気特性向上のために、地鉄中のS量を増加させる増硫処理を行うことができる。かかる増硫処理としては、MgOを主体とする焼鈍分離剤中に、硫化物および／または硫酸塩を1.0～15.0質量%含有させることが有利である。

[0061] 本発明では、上記の二次再結晶焼鈍後、鋼板表面に、さらに絶縁被膜を塗布、焼き付けることもできる。かかる絶縁被膜の種類については、特に限定されず、従来公知のあらゆる絶縁被膜が適合する。たとえば、特開昭50-79442号公報や特開昭48-39338号公報に記載されている、リン酸塩-クロム酸塩-コロイダルシリカを含有する塗布液を鋼板に塗布し、800℃程度で焼き付けて形成した絶縁被膜は特に好適である。

[0062] また、平坦化焼鈍により、鋼板の形状整えることも可能である。さらに、この平坦化焼鈍を、絶縁被膜の焼き付け処理と兼備させることもできる。

実施例

[0063] <実施例1>

C : 0.03%、Si : 3.5%、Mn : 0.08%、sol.Al : 75ppm、N : 45ppm、S : 30 ppm、Se : 1 ppm、O : 9 ppm、P : 0.06%およびCu : 0.10%を含有し、残部はFeおよび不可避免的不純物の組成になる連铸スラブを、1200℃に再加熱後、熱間圧延して、板厚 : 2.5mmの熱延板とした後、1050℃で30秒の熱延板焼鈍を施した。ついで、この熱延板の板幅両エッジ部を、最終の冷間圧延前に、誘導加熱で200℃まで上昇させた後、表3に示す条件で冷間圧延を施して、板厚 : 0.26mmの冷延板とした。その後、500~700℃間を昇温速度 : 20℃/sで昇温し、850℃で120 s、雰囲気 : H₂55%-N₂45%、露点 : 55℃の条件での脱炭焼鈍を施した。

脱炭焼鈍後、MgO : 90質量%、MgSO₄ : 5 質量%およびTiO₂ : 5 質量%の配合割合になる焼鈍分離剤を、脱炭焼鈍板の表面に両面当たり12.5g/m²塗布し、乾燥させた。ついで、800℃まで昇温速度 : 15℃/hで、800℃から850℃まで昇温速度 : 2.0℃/hで昇温し、850℃で50時間保定したのち、1160℃まで昇温速度 : 5.0℃/hで昇温し、1160℃に5 h 保定する条件で二次再結晶焼鈍を施して、二次再結晶焼鈍板とした。この二次再結晶焼鈍における雰囲気ガスは、850℃まではN₂ガス、850℃以上はH₂ガスを使用した。

上記の条件で得られた二次再結晶焼鈍板の表面に、リン酸塩-クロム酸塩-コロイダルシリカを、質量比で3 : 1 : 3の割合で含有する処理液を塗布し、800℃で焼き付けた。その後、得られた鋼板の磁気特性について調査した。

磁気特性は、得られた鋼板に対して800℃で3時間の歪取り焼鈍を行ったのち、800A/mで励磁したときの磁束密度B₈および50Hzで1.7 Tまで交流で励磁したときの鉄損W_{17/50}で評価した。

得られた結果を表3に併記する。なお、表3中、1パス目のパス当たり圧下率とワークロールの表面粗さRaは圧延前の欄に、2パス目のパス当たり圧下率とワークロールの表面粗さRaは1パス後の欄に記載し、以降同様に記載している。

[表3]

表3											
試験 No.	条件	圧延前	1パス後	2パス後	3パス後	4パス後	5パス後	総冷延 圧下率 (%)	B ₈ (T)	W _{17/50} (W/kg)	備考
1	板厚(mm)	2.50	1.60	1.02	0.66	0.44	0.29	88.4	1.950	0.93	発明例
	パス当たり 圧下率(%)	36	36	36	33	34	—				
	ワークロー ルRa(μm)	0.25	0.25	0.25	0.15	0.10	—				
2	板厚(mm)	2.50	1.60	1.02	0.66	0.44	0.29	88.4	1.955	0.91	発明例
	パス当たり 圧下率(%)	36	36	36	33	34	—				
	ワークロー ルRa(μm)	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	—				
3	板厚(mm)	2.50	1.43	0.81	0.44	0.29	—	88.4	1.960	0.90	発明例
	パス当たり 圧下率(%)	43	43	46	34	—	—				
	ワークロー ルRa(μm)	0.25	0.25	0.15	0.10	—	—				
4	板厚(mm)	2.50	1.23	0.60	0.29	—	—	88.4	1.957	0.91	発明例
	パス当たり 圧下率(%)	51	51	51	—	—	—				
	ワークロー ルRa(μm)	0.25	0.15	0.10	—	—	—				
5	板厚(mm)	2.50	1.60	1.02	0.66	0.44	0.29	88.4	1.920	0.99	比較例
	パス当たり 圧下率(%)	36	36	36	33	34	—				
	ワークロー ルRa(μm)	0.35	0.35	0.35	0.35	0.10	—				
6	板厚(mm)	2.50	1.60	1.02	0.55	0.39	0.29	88.4	1.910	1.03	比較例
	パス当たり 圧下率(%)	36	36	46	29	26	—				
	ワークロー ルRa(μm)	0.25	0.25	0.25	0.15	0.10	—				
7	板厚(mm)	2.50	1.60	1.02	0.55	—	—	78.0	1.872	1.63	比較例
	パス当たり 圧下率(%)	36	36	46	—	—	—				
	ワークロー ルRa(μm)	0.25	0.15	0.10	—	—	—				

[0065] 表3から明らかなように、本発明に従い、最終の冷間圧延において総冷延圧下率を85%以上とし、各パスでの圧下率を32%以上とし、さらには最終パス以外の少なくとも1パスで、表面粗さRaが0.25μm以下のワークロールを使用した場合には、良好な磁気特性の方向性電磁鋼板が得られている。

[0066] <実施例2>

C : 0.025%、Si : 3.4%、Mn : 0.10%、sol.Al : 70ppm、N : 42ppm、S : 20ppm、Se : 2ppm、O : 30ppmを含有し、さらにP : 0.07%およびCu : 0.08%を含有し、残部はFeおよび不可避免的不純物の組成になる連铸スラブを、1220℃に再加熱後、熱間圧延して、板厚 : 2.2mmの熱延板としたのち、1050℃で30秒の熱延板焼鈍を施した。ついで、この熱延板の板幅両エッジ部を、最終冷

間圧延前に、表4で示される温度まで誘導加熱で上昇させた後、表4で示した条件で、タンデム式圧延機による冷間圧延を行って冷延板とした。冷間圧延後、冷延板の耳割れの発生について調査した。最大の耳割れ深さを表4に併記する。

その後、500～700℃間を表4に示した昇温速度で昇温したのち、850℃で120 s、雰囲気： H_2 55%– N_2 45%、露点：50℃の条件で脱炭焼鈍を施した。

脱炭焼鈍後、 MgO ：90質量%、 MgSO_4 ：5質量%および TiO_2 ：5質量%の配合割合になる焼鈍分離剤を、脱炭焼鈍板の表面に両面当たり12.5g/m²塗布し、乾燥させた。ついで、800℃まで昇温速度：15℃/hで、800℃から840℃まで昇温速度：2.0℃/hで昇温し、840℃で50時間保定したのち、1160℃まで昇温速度：5.0℃/hで昇温し、1160℃に5 h 保定する条件で二次再結晶焼鈍を施して、二次再結晶焼鈍板とした。この二次再結晶焼鈍における雰囲気ガスは、840℃までは N_2 ガス、840℃以上は H_2 ガスを使用した。

上記の条件で得られた二次再結晶焼鈍板の表面に、リン酸塩–クロム酸塩–コロイダルシリカを、質量比で3：1：3の割合で含有する処理液を塗布し、800℃で焼き付けた。その後、コイル幅中央部の磁気特性について調査した。磁気特性は、800℃で3時間の歪取り焼鈍を行ったのち、800A/mで励磁したときの磁束密度 B_8 および50Hzで1.7 Tまで交流で励磁したときの鉄損 $W_{17/50}$ で評価した。

その結果を表4に併記する。なお、表4中、1パス目のパス当たり圧下率とワークロールの表面粗さ R_a は圧延前の欄に、2パス目のパス当たり圧下率とワークロールの表面粗さ R_a は1パス後の欄に記載し、以降同様に記載している。

[0067]

[表4]

表4													
試験 No.	圧延前 エッジ部 温度 (°C)	条件	圧延前	1パス後	2パス後	3パス後	4パス後	総冷延 圧下率 (%)	耳割れ (mm)	500-700°C 昇温速度 (°C/s)	B ₈ (T)	W _{17/50} (W/kg)	備考
1	200	板厚(mm)	2.20	1.23	0.69	0.39	0.22	90.0	0	20	1.948	0.82	発明例
		パス当たり 圧下率(%)	44	44	44	44	—						
		ワークロー ルRa(μm)	0.25	0.25	0.15	0.10	0.10						
2	100	板厚(mm)	2.20	1.23	0.69	0.39	0.22	90.0	1	20	1.947	0.81	発明例
		パス当たり 圧下率(%)	44	44	44	44	—						
		ワークロー ルRa(μm)	0.25	0.25	0.15	0.10	—						
3	70	板厚(mm)	2.20	1.23	0.69	0.39	0.22	90.0	8	20	1.947	0.81	発明例
		パス当たり 圧下率(%)	44	44	44	44	—						
		ワークロー ルRa(μm)	0.25	0.25	0.15	0.10	—						
4	30	板厚(mm)	2.20	1.23	0.69	0.39	0.22	90.0	28	20	1.947	0.81	発明例
		パス当たり 圧下率(%)	44	44	44	44	—						
		ワークロー ルRa(μm)	0.25	0.25	0.15	0.10	—						
5	200	板厚(mm)	2.20	1.23	0.69	0.39	0.22	90.0	0	50	1.957	0.77	発明例
		パス当たり 圧下率(%)	44	44	44	44	—						
		ワークロー ルRa(μm)	0.25	0.25	0.15	0.10	—						
6	200	板厚(mm)	2.20	1.23	0.69	0.39	0.22	90.0	0	150	1.960	0.75	発明例
		パス当たり 圧下率(%)	44	44	44	44	—						
		ワークロー ルRa(μm)	0.25	0.25	0.15	0.10	—						
7	200	板厚(mm)	2.20	1.23	0.69	0.39	0.22	90.0	0	20	1.918	0.89	比較例
		パス当たり 圧下率(%)	44	44	44	44	—						
		ワークロー ルRa(μm)	0.35	0.35	0.35	0.10	—						
8	200	板厚(mm)	2.20	1.52	1.05	0.72	0.50	77.3	0	20	1.850	1.70	比較例
		パス当たり 圧下率(%)	31	31	31	31	—						
		ワークロー ルRa(μm)	0.25	0.25	0.15	0.10	—						

[0068] 表4から明らかなように、本発明に従い、最終の冷間圧延において総冷延圧下率を85%以上とし、各パスでの圧下率を32%以上とし、さらには最終パス以外の少なくとも1パスで、表面粗さRaが0.25μm以下のワークロールを使用した場合には、良好な磁気特性の方向性電磁鋼板が得られている。また、最終の冷間圧延開始前に、鋼板の両エッジ部の温度を100°C以上とすることで耳割れの発生を低減できることが分かる。さらに、脱炭焼鈍において500~700°C間を50°C/s以上の昇温速度で急速に昇温させることで、一層の磁気特性の改善ができることが分かる。

[0069] <実施例3>

表5に示す種々の成分になる連铸スラブを、1230°Cに再加熱後、熱間圧延して、板厚：2.2mmの熱延板としたのち、1025°Cで30秒の熱延板焼鈍を施した

。ついで、この熱延板の板幅両エッジ部を、最終の冷間圧延前に、誘導加熱で200℃まで上昇させた。引き続き、タンデム式の圧延機を用いて、各パス当たりの圧下率：44%、ワークロールの表面粗さRa：0.10 μ mの条件で、4パスの冷間圧延を施し、板厚：0.22mmの冷延板とした。

冷延板からサンプルを採取し、昇温速度：150℃/sで500～700℃間を昇温し、焼鈍の前段として、H₂55%-N₂45%、露点：55℃の雰囲気中で840℃で100 s間保定し、後段としてH₂55%-N₂45%、露点：20℃の雰囲気中で900℃まで昇温する、脱炭焼鈍を施した。

ついで、MgO：90質量%、MgSO₄：5質量%およびTiO₂：5質量%の配合割合になる焼鈍分離剤を、脱炭焼鈍板の表面に両面当たり12.5g/m²塗布し、乾燥させた。ついで、800℃まで昇温速度：15℃/hで、800℃から870℃まで昇温速度：2.0℃/hで昇温し、870℃で50時間保定したのち、1160℃まで昇温速度：5.0℃/hで昇温し、1160℃に5 h 保定する条件で二次再結晶焼鈍を施して二次再結晶焼鈍板とした。この二次再結晶焼鈍における雰囲気ガスは、870℃まではN₂ガス、870℃以上はH₂ガスを使用した。

上記の条件で得られた二次再結晶焼鈍板の表面に、リン酸塩－クロム酸塩－コロイダルシリカを、質量比で3：1：3の割合で含有する処理液を塗布し、800℃で焼き付けた。その後、コイル幅中央部の磁気特性について調査した。磁気特性は、800℃で3時間の歪取り焼鈍を行ったのち、800A/mで励磁したときの磁束密度B₈および50Hzで1.7 Tまで交流で励磁したときの鉄損W_{17/50}で評価した。

その結果を表5に併記する。

[0070]

[表5]

表5

試験 No.	鋼スラブ成分(質量%)								その他	B ₈ (T)	W _{17/50} (W/kg)	備考
	C	Si	Mn	S	Se	O	Al	N				
1	0.03	3.3	0.07	0.001	0.001	0.001	0.003	0.003	—	1.949	0.81	発明例
2	0.04	3.2	0.08	0.002	0.001	0.001	0.004	0.002	Ni:0.3	1.960	0.80	発明例
3	0.02	3.2	0.08	0.002	0.001	0.001	0.004	0.002	Sn:0.1	1.950	0.77	発明例
4	0.03	3.4	0.11	0.001	0.001	0.001	0.005	0.003	Sb:0.1	1.954	0.78	発明例
5	0.04	3.3	0.06	0.002	0.001	0.001	0.006	0.001	P:0.08	1.955	0.79	発明例
6	0.03	3.1	0.07	0.001	0.001	0.001	0.004	0.003	Cr:0.1	1.950	0.78	発明例
7	0.02	3.2	0.08	0.002	0.001	0.001	0.004	0.002	Mo:0.05	1.960	0.78	発明例
8	0.03	3.5	0.05	0.002	0.001	0.001	0.007	0.003	Nb:0.005	1.959	0.80	発明例
9	0.04	3.3	0.06	0.002	0.001	0.001	0.006	0.001	P:0.08	1.955	0.79	発明例
10	0.03	3.2	0.07	0.002	0.001	0.001	0.007	0.004	P:0.05,Sb:0.05,Cr:0.05,Mo:0.02	1.964	0.77	発明例
11	0.04	3.3	0.07	0.001	0.024	0.001	0.003	0.003	—	1.830	1.45	比較例
12	0.03	3.4	0.06	0.021	0.001	0.011	0.003	0.003	—	1.802	1.77	比較例
13	0.02	3.2	0.07	0.001	0.001	0.001	0.023	0.003	—	1.884	1.12	比較例
14	0.03	3.3	0.09	0.002	0.001	0.001	0.003	0.008	—	1.811	1.62	比較例

表5

[0071] 表5から明らかなように、本発明の成分組成範囲を満足するスラブを用いて、最終の冷間圧延において総冷延圧下率を85%以上とし、各パスでの圧下率を32%以上とし、さらには最終パス以外の少なくとも1パスで、表面粗さ R_a が $0.25\mu\text{m}$ 以下のワークロールを使用することで、良好な磁気特性の方向性電磁鋼板が得られている。

請求の範囲

[請求項1] 質量%で、C : 0.08%以下、Si : 4.5%以下およびMn : 0.5%以下を含有すると共に、質量ppmで、S、SeおよびOをそれぞれ50ppm未満、Nを60ppm未満、sol.Alを100ppm未満に抑制し、残部はFeおよび不可避免的不純物の組成からなる鋼スラブを、加熱した後、熱間圧延を施して熱延板とし、該熱延板に熱延板焼鈍を施しまたは施すことなく、1回または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延を施して最終板厚の冷延板とし、ついで該冷延板に脱炭焼鈍を施して脱炭焼鈍板としたのち、該脱炭焼鈍板の表面にMgOを主体とする焼鈍分離剤を塗布してから、二次再結晶焼鈍を施す一連の工程よりなる方向性電磁鋼板の製造方法において、

上記冷間圧延工程の最終の冷間圧延において総冷延圧下率を85%以上とし、該最終の冷間圧延の各パスでの圧下率をそれぞれ32%以上とし、さらに該最終の冷間圧延における最終パス以外の少なくとも1パスで、表面平均粗さ(Ra) : 0.25 μ m以下のワークロールを使用する方向性電磁鋼板の製造方法。

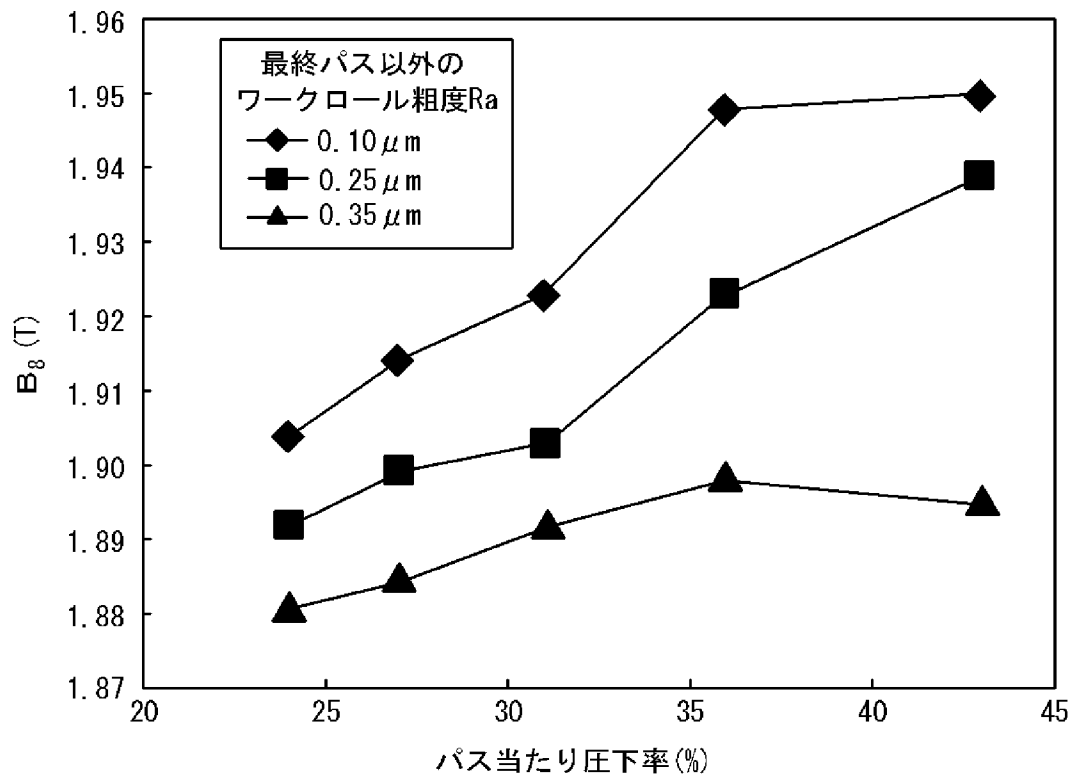
[請求項2] 前記最終の冷間圧延の開始前に、該最終の冷間圧延に供する鋼板の板幅両エッジ部を100℃以上の温度に加熱する請求項1記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[請求項3] 前記脱炭焼鈍工程の昇温中、500～700℃間の昇温速度を50℃/s以上とする請求項1または2記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[請求項4] 前記鋼スラブが、さらに質量%で、Ni : 0.01～1.50%、Sn : 0.03～0.20%、Sb : 0.01～0.20%、P : 0.02～0.20%、Cu : 0.05～0.50%、Cr : 0.03～0.50%、Mo : 0.008～0.50%およびNb : 0.0010～0.0100%のうちから選んだ1種または2種以上を含有する請求項1～3のいずれかに記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

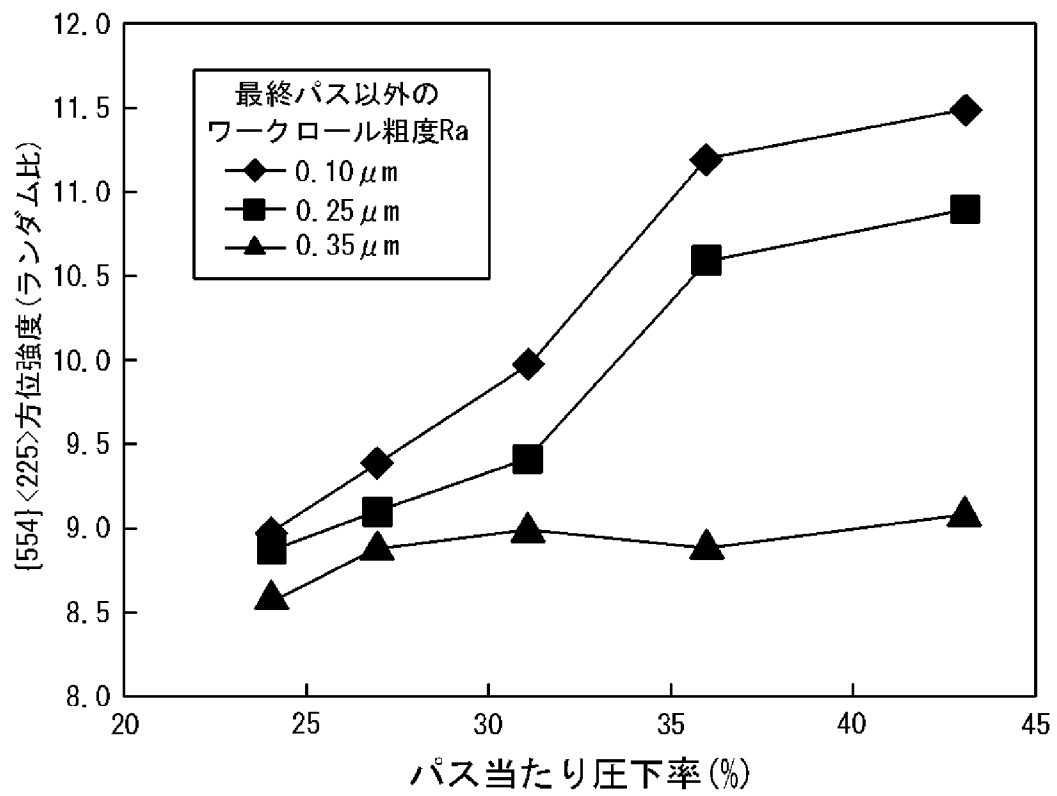
[図1]

FIG. 1



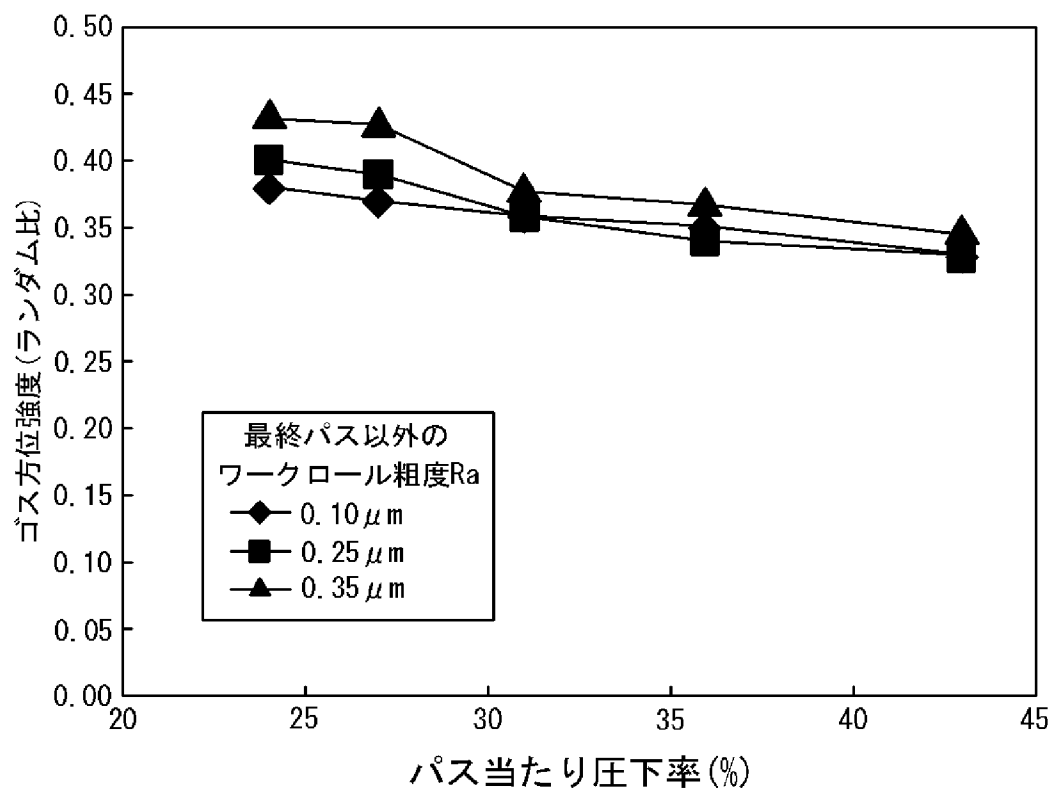
[図2]

FIG. 2

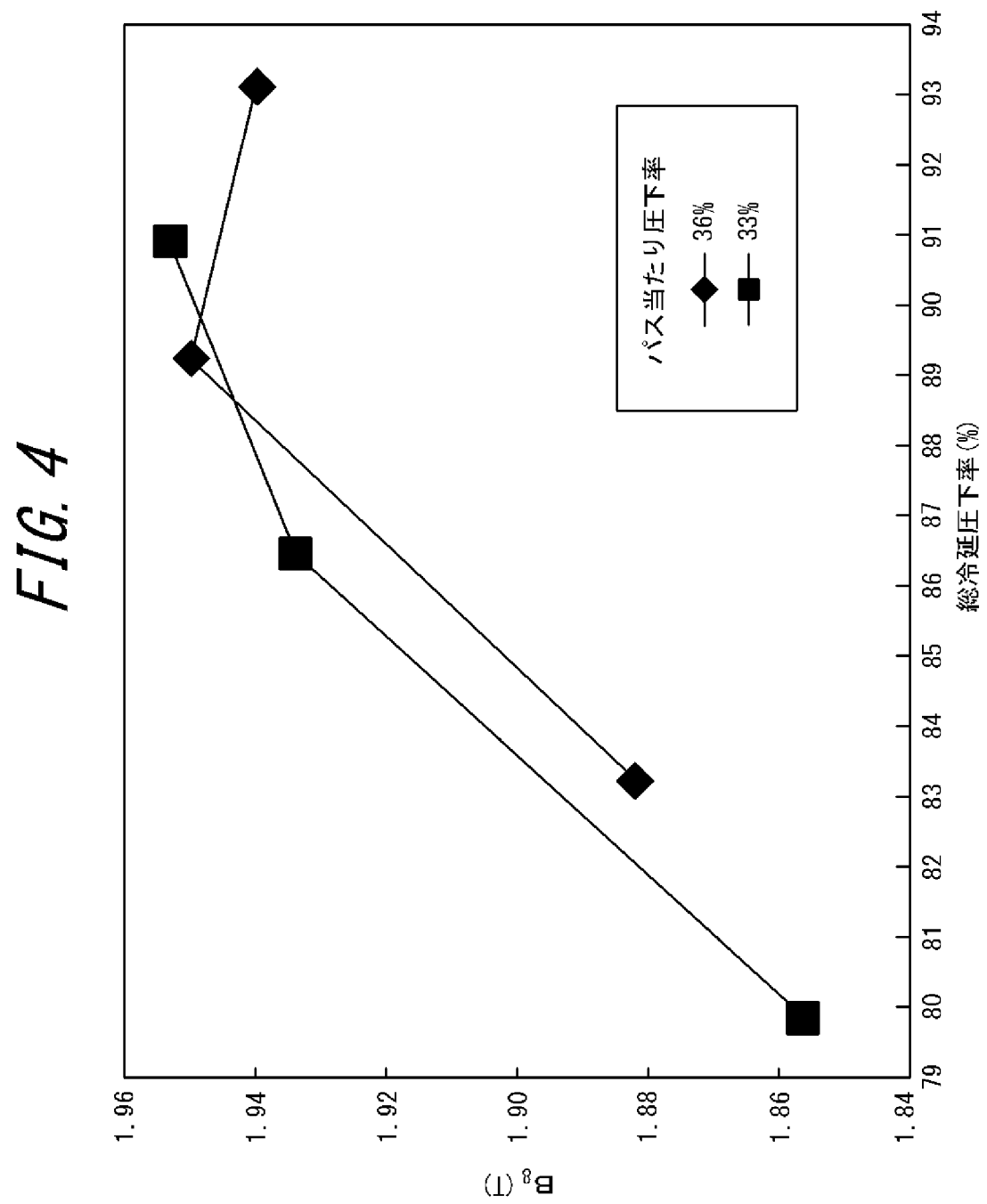


[図3]

FIG. 3



[図4]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/005879

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C21D8/12(2006.01)i, B21B1/22(2006.01)i, C22C38/00(2006.01)i, C22C38/60(2006.01)i, H01F1/16(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C21D8/12, B21B1/22, C22C38/00, C22C38/60, H01F1/16

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2012-184497 A (JFE Steel Corp.), 27 September 2012 (27.09.2012), claims 1, 5, 7 to 8; examples (Family: none)	1-4
A	JP 11-199933 A (Kawasaki Steel Corp.), 27 July 1999 (27.07.1999), claims; table 1 (Family: none)	1-4
A	JP 6-339701 A (Kawasaki Steel Corp.), 13 December 1994 (13.12.1994), paragraph [0024]; table 1 (Family: none)	1-4

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
18 February 2016 (18.02.16)

Date of mailing of the international search report
01 March 2016 (01.03.16)

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

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/005879

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 61-15919 A (Kawasaki Steel Corp.), 24 January 1986 (24.01.1986), claims (Family: none)	1-4
A	WO 2014/017590 A1 (JFE Steel Corp.), 30 January 2014 (30.01.2014), claims; examples & JP 5716870 B2 & US 2015/0194247 A1 claims; examples & EP 2878688 A1 & CN 104160044 A & KR 10-2015-0010787 A	1-4

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. C21D8/12(2006.01)i, B21B1/22(2006.01)i, C22C38/00(2006.01)i, C22C38/60(2006.01)i, H01F1/16(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. C21D8/12, B21B1/22, C22C38/00, C22C38/60, H01F1/16

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2016年
日本国実用新案登録公報	1996-2016年
日本国登録実用新案公報	1994-2016年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2012-184497 A（J F E スチール株式会社）2012.09.27, 請求項 1, 5, 7-8, 実施例（ファミリーなし）	1-4
A	JP 11-199933 A（川崎製鉄株式会社）1999.07.27, 特許請求の範囲, 表 1（ファミリーなし）	1-4
A	JP 6-339701 A（川崎製鉄株式会社）1994.12.13, [0024], 表 1（ファミリーなし）	1-4

☑ C 欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

18.02.2016

国際調査報告の発送日

01.03.2016

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（ISA/J P）

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

田口 裕健

4 K

4663

電話番号 03-3581-1101 内線 3435

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 61-15919 A (川崎製鉄株式会社) 1986.01.24, 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-4
A	WO 2014/017590 A1 (J F E スチール株式会社) 2014.01.30, 請求の範囲, 実施例 & JP 5716870 B2 & US 2015/0194247 A1, Claims, Examples & EP 2878688 A1 & CN 104160044 A & KR 10-2015-0010787 A	1-4