

(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9月9日(09.09.2022)



(10) 国際公開番号

WO 2022/186300 A1

- (51) 国際特許分類:
C21D 8/12 (2006.01) C22C 38/60 (2006.01)
C22C 38/00 (2006.01) H01F 1/147 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2022/008970
- (22) 国際出願日: 2022年3月2日(02.03.2022)
- (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 2021-034819 2021年3月4日(04.03.2021) JP
- (71) 出願人: J F E スチール株式会社(JFE STEEL CORPORATION) [JP/JP]; 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: ▲高 ▼城 重宏(TAKAJO Shigehiro); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 山口 広(YAMAGUCHI Hiroi); 〒1000011
- (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36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, 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.

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING GRAIN-ORIENTED ELECTRICAL STEEL SHEET

(54) 発明の名称: 方向性電磁鋼板の製造方法

(57) Abstract: Provided is a method for producing a grain-oriented electrical steel sheet, which exhibits excellent magnetic properties compared to the prior art, by highly controlling the texture of a primary recrystallized sheet while proactively using an inhibitor. The method for producing a grain-oriented electrical steel sheet involves: slab heating a steel slab to a temperature that is greater than a γ phase precipitation temperature and is at most 1380 °C; carrying out rough rolling including at least 2 passes of rolling at an introduced sheet thickness true strain ϵ_t of at least 0.50 at a temperature that is at least (temperature at which γ phase fraction is greatest-20 °C); setting the rolling finish temperature to be at least 900 °C and carrying out final rolling to create a heat rolled sheet; within 2 seconds after finishing the final rolling, carrying out at least 1 second of cooling on the heat-rolled sheet at a cooling rate of at least 70°C/s; winding the sheet at a winding temperature of at most 600 °C, and when the recrystallization ratio of a central layer in the sheet thickness of the wound heat-rolled sheet is set to be Y (%), carrying out heat-rolled sheet annealing that soaks the sheet at a soaking temperature of at least 1000 °C and at most (1150-2.5Y) °C; and then carrying out cold-rolling, primary recrystallization annealing, and secondary recrystallization annealing.

(57) 要約: インヒビタを積極的に利用しつつ、一次再結晶板の集合組織も高度に制御して、従来技術に比べて優れた磁気特性を発現する方向性電磁鋼板の製造方法を提供すること。鋼スラブを、 γ 相析出温度超かつ1380°C以下にスラブ加熱し、(γ 相分率が最大となる温度-20°C)以上の温度にて、導入される板厚真ひずみ ϵ_t が0.50以上の圧延を2パス以上含む粗圧延を施し、圧延終了温度を900°C以上として仕上げ圧延を施して熱延板とし、仕上げ圧延終了後2秒以内に、70°C/s以上の冷却速度にて、前記熱延板に1秒間以上の冷却を施し、巻取温度600°C以下で巻取り、巻取り後の熱延板の板厚中心層の再結晶率をY(%)としたときに、1000°C以上(1150-2.5Y)°C以下の均熱温度にて均熱する熱延板焼鈍を施し、次いで冷間圧延、一次再結晶焼鈍および二次再結晶焼鈍を施す、方向性電磁鋼板の製造方法。



WO 2022/186300 A1

(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))

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] 本開示は、方向性電磁鋼板の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 方向性電磁鋼板は、主に変圧器内部の鉄心用材料として用いられている。変圧器のエネルギー使用効率向上のため、方向性電磁鋼板の低鉄損化が要求されている。方向性電磁鋼板を低鉄損化するための方法としては、鋼板の比抵抗の増大、被膜張力の増大、薄手化などの手法のほかに、鋼板の表面加工による方法、および結晶粒の $\{110\} \langle 001 \rangle$ 方位（以降、G o s s 方位という）への結晶方位の先鋭化による方法が挙げられる。磁気特性の指標としては、励磁周波数：50 Hzの交流磁場で1.7 Tまで磁化したときの鋼板1 kgあたりの鉄損 $W_{1.7/50}$ と、特に、結晶粒の $\{110\} \langle 001 \rangle$ 方位（以降、G o s s 方位という）への結晶方位の先鋭化の指標として、磁場の強さ：800 A/mにおける磁束密度 B_g が主に用いられている。G o s s 方位の集積度を高めるためには、先鋭なG o s s 方位粒のみが優先的に成長するように粒界易動度差をつけること、すなわち、一次再結晶板の集合組織を所定の組織に形成すること、およびインヒビタと呼ばれる析出物を利用してG o s s 方位以外の再結晶粒の成長を抑制することが重要である。このインヒビタを利用する技術としては、例えば特許文献1に、AlN、MnSを利用する方法が、また特許文献2には、MnS、MnSeを利用する方法がそれぞれ開示されており、いずれも工業的に実用化されている。

[0003] これらのインヒビタは、均一微細に鋼中に分散させることが好ましい。そのため、インヒビタを利用する方法においては、熱延前にスラブを1300℃以上の高温で行ってインヒビタ成分を溶体化し、その後の工程において微細に析出させることが一般的である。例えば、特許文献3には、鋼中にAlを添加し、熱間圧延後に750～1200℃での熱延板焼鈍を施し、その後

に急冷することによって微細なA1Nを析出させ、極めて高い磁束密度を得ている。

- [0004] 一方で、インヒビタに頼らない方向性電磁鋼板の製造方法（インヒビタレス法）についても検討が行われている。インヒビタに頼らない手法では、より高純度化した鋼を利用し、結晶集合組織の制御によって二次再結晶を発現させることが特徴である。本手法の場合、インヒビタ成分を溶体化させるための高温におけるスラブ加熱が不要となるため、低コストで方向性電磁鋼板を製造することが可能である。例えば、特許文献3には、一次再結晶組織に、 $\{554\} \langle 225 \rangle$ 方位の結晶粒、 $\{411\} \langle 148 \rangle$ 方位の結晶粒を多く存在させることによって、二次再結晶後のGoss方位への集積が増大し磁束密度が高くなることが示されている。

先行技術文献

特許文献

- [0005] 特許文献1：特公昭40-15644号公報
特許文献2：特公昭51-13469号公報
特許文献3：特開2001-60505号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0006] 方向性電磁鋼板の磁束密度を増大するためには、インヒビタとともに一次再結晶板の集合組織も高度にコントロールする必要があると考えられる。しかしながら、インヒビタを積極的に利用するために鋼中に微細分散させる場合、通常、冷間圧延前の組織が微細化し、一次再結晶集合組織制御が困難となる。既存の方向性電磁鋼板の製造工程においては、熱延板焼鈍において微細なインヒビタが形成し、続く中間焼鈍工程において該インヒビタが再結晶粒の粒成長を著しく阻害する。また、冷延前の結晶粒径が大きい程、続く一次再結晶工程でGoss方位粒が高頻度に生成するため、中間焼鈍で結晶粒径が微細となる場合、Goss方位の生成に極めて不利である。

[0007] 本開示は、上記事情に鑑みてなされたものであり、その目的は、インヒビタを積極的に利用しつつ、一次再結晶板の集合組織も高度に制御して、従来技術に比べて優れた磁気特性を発現する方向性電磁鋼板の製造方法を提供することである。

課題を解決するための手段

[0008] 発明者らは、上記課題の解決に向けて鋭意検討を重ねた。その結果、本発明者らは、良好な磁気特性を得る上で好ましい集合組織を一次再結晶板に形成させるためには、冷間圧延前の結晶粒径を粗大化させるだけではなく、冷間圧延前にひずみの少ない結晶粒の存在頻度を増大させることが重要であることを知見した。また、冷間圧延前にひずみの少ない結晶粒の存在頻度を増大させるには、熱間圧延の粗圧延の条件のうち、 γ 相分率が最大となる温度域での強圧延、およびパス回数が重要であることを知見した。さらに、熱延板中におけるひずみの少ない結晶粒の存在割合に応じて、熱延板焼鈍の温度を変更し、さらにはスキンプラス圧延を導入することによって、インヒビタを積極的に利用しつつも、良好な一次再結晶集合組織を作りこむことが可能となり、その結果、二次再結晶焼鈍後に、極めて高い磁束密度が得られることを知見し、本開示を開発するに至った。

[0009] 本開示は、上記した知見に立脚するものである。すなわち、本開示の要旨構成は以下のとおりである。

[0010] [1] C : 0.005 ~ 0.085 mass %、
Si : 2.00 ~ 4.50 mass %、
Mn : 0.03 ~ 1.00 mass %、
sol. Al : 0.008 mass %以上0.030 mass %未満および
N : 0.004 ~ 0.009 mass %以下
を含有し、さらに、
S : 0.0005 ~ 0.02 mass %およびSe : 0.0005 ~ 0.02 mass %の少なくとも一方を含有し、残部がFeおよび不可避免的不純

物からなる成分組成を有する鋼スラブを、 γ 相析出温度超かつ 1380°C 以下にスラブ加熱し、

次いで、前記鋼スラブに対し、(γ 相分率が最大となる温度 -20°C)以上の温度にて、導入される板厚真ひずみ ε_t が 0.50 以上の圧延を 2 パス以上含む粗圧延を施して、粗圧延板とし、

次いで、前記粗圧延板に、圧延終了温度を 900°C 以上として仕上げ圧延を施して熱延板とし、

次いで、前記仕上げ圧延終了後 2 秒以内に、 $70^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 以上の冷却速度にて、前記熱延板に 1 秒間以上の冷却を施し、

冷却後の前記熱延板を巻取温度 600°C 以下で巻取り、

次いで、巻取り後の前記熱延板を、巻取り後の前記熱延板の板厚中心層の再結晶率を Y (%)としたときに、 1000°C 以上($1150-2.5Y$) $^{\circ}\text{C}$ 以下の均熱温度にて 60 秒以上均熱する熱延板焼鈍を施して熱延焼鈍板とし、

次いで、前記熱延焼鈍板に、圧延率 88% 以上 91% 以下の冷間圧延を施して最終板厚を有する冷延板とし、

次いで、前記冷延板に一次再結晶焼鈍を施して一次再結晶焼鈍板とし、

次いで、前記一次再結晶焼鈍板に二次再結晶焼鈍を施して方向性電磁鋼板を得る、方向性電磁鋼板の製造方法。

ここで、前記板厚真ひずみ ε_t は下記(1)式で算出される。

$$\varepsilon_t = -\ln(\text{圧延後の板厚}/\text{圧延前の板厚}) \dots (1)$$

[0011] [2] 前記成分組成は、さらに、

Sb : $0.005 \sim 0.500$ mass % および

Sn : $0.005 \sim 0.500$ mass %

からなる群から選ばれる 1 種または 2 種を含有する、前記[1]に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[0012] [3] 前記成分組成は、さらに、

Ni : $0.01 \sim 1.50$ mass %、

Cr : 0.005 ~ 0.50 mass %、
Cu : 0.03 ~ 0.50 mass %、
P : 0.005 ~ 0.500 mass %、
As : 0.0005 ~ 0.050 mass %、
Bi : 0.005 ~ 0.500 mass %、
Mo : 0.005 ~ 0.100 mass %、
B : 0.0002 ~ 0.0025 mass %、
Te : 0.0005 ~ 0.0100 mass %、
Zr : 0.001 ~ 0.010 mass %、
Nb : 0.001 ~ 0.010 mass %、
V : 0.001 ~ 0.010 mass % および
Ta : 0.001 ~ 0.010 mass %

からなる群から選ばれる1種または2種以上を含有する、前記〔1〕または〔2〕に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[0013] 〔4〕 前記粗圧延は、(γ 相分率が最大となる温度 -20°C)以上(γ 相分率が最大となる温度 $+50^{\circ}\text{C}$)以下での1パス以上の圧延を含む、前記〔1〕から〔3〕のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[0014] 〔5〕 前記粗圧延のパス回数が計4パス以上である、前記〔1〕から〔4〕のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[0015] 〔6〕 前記均熱後の熱延板に、前記均熱温度から 800°C までの第一平均冷却速度 v_1 を $40^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 未満とし、 800°C から 650°C までの第二平均冷却速度 v_2 を v_1 以上として冷却を施す、前記〔1〕から〔5〕のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[0016] 〔7〕 前記再結晶率 Y が18%以上である、前記〔1〕から〔6〕のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[0017] 〔8〕 前記再結晶率 Y が20%以上であり、前記仕上げ圧延終了後、熱延板焼鈍の前までに、伸長率0.05%以上のスキンパス圧延を施す、前記〔1〕から〔7〕のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[0018] [9] 前記方向性電磁鋼板の圧延方向の磁束密度 B_0 が1.940T以上である、前記[1]から[8]のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

発明の効果

[0019] 本開示によれば、インヒビタを積極的に利用しつつ、一次再結晶板の集合組織も高度に制御して、従来技術に比べて優れた磁気特性を発現する方向性電磁鋼板の製造方法を提供することができる。

発明を実施するための形態

[0020] まず、本発明を開発する契機となった実験について説明する。発明者らは、はじめに、方向性電磁鋼板の一次再結晶板に磁気特性を向上する上で好ましい集合組織を形成させるために、冷間圧延前の結晶粒径を粗大化させることが有効かどうかを検証するため、熱延板の結晶組織を丁寧に観察した。

[0021] 《実験1》

残部がFeおよび不可避免的不純物からなる鋼素材(C:0.060mass%、Si:3.40mass%、Mn:0.06mass%、sol.Al:0.014mass%、N:0.007mass%、S:0.020mass%、Sb:0.035mass%)を溶製し、鋼スラブとした後、1310℃に鋼スラブをスラブ加熱した。次いで、鋼スラブに、1200℃における板厚真ひずみ ϵ_t 0.6での1パス圧延、1150℃における板厚真ひずみ ϵ_t 0.4での1パス圧延、および1100℃における板厚真ひずみ ϵ_t 0.4での1パス圧延からなる粗圧延を施して粗圧延板とした。次いで、粗圧延板に仕上げ圧延終了温度を1050℃として仕上げ圧延を施して、板厚2.2mmの熱延板とした。次いで、仕上げ圧延終了後1s後に80℃/sの冷却速度にて5sの冷却を施し、次いで、520℃の巻取温度にて巻き取った。次いで、該熱延板を1100℃で90s均熱し、次いで、600~450℃まで2分間放冷し、次いで、100℃まで水冷する熱延板焼鈍を施して熱延焼鈍板とした。次いで、熱延焼鈍板に圧延率90%で冷間圧延を施して最終板厚0.22mmの冷延板とした。その後は、公知の方法によって、

冷延板に一次再結晶焼鈍を施して一次再結晶焼鈍板とした後、一次再結晶焼鈍板に二次再結晶焼鈍を施して方向性電磁鋼板とした。

[0022] 巻取り後の熱延板の圧延方向に平行な垂直断面（L断面）のミクロ組織を観察した結果、圧延方向に伸長した（延在する）結晶粒が数多く認められた。この圧延方向に伸長した結晶粒は、ひずみが残存したことにより生じていると思われる。ここで、圧延方向に伸長した結晶粒とは、圧延方向の径と板厚方向の径との比が2.0以上の結晶粒とする。後述する板厚中心層の再結晶率 Y は5%であった。また、熱延焼鈍板のL断面のミクロ組織を観察した結果、圧延方向に伸長した結晶粒が数多く認められた。二次再結晶焼鈍後の方向性電磁鋼板の磁束密度 B_8 を後述するエプスタイン試験によって評価した結果、1.930Tであった。なお、なお、 B_8 とは試料を圧延方向に800A/mの磁化力で励磁した際の試料の磁束密度を意味する。

[0023] 次に、上記と同様の成分組成を有する鋼組成を上記と同様に鋼スラブとした。該鋼スラブを、1310℃にスラブ加熱した。次いで、鋼スラブに、1220℃における板厚真ひずみ $\epsilon_t 0.5$ での1パス圧延、1180℃における板厚真ひずみ $\epsilon_t 0.4$ での1パス圧延、および1140℃における板厚真ひずみ $\epsilon_t 0.5$ での1パス圧延からなる粗圧延を施して粗圧延板とした。次いで、粗圧延板に仕上げ圧延終了温度を1050℃として仕上げ圧延を施して、板厚2.2mmの熱延板とした。次いで、該熱延板に仕上げ圧延終了後1s後に80℃/sの冷却速度にて5sの冷却を施し、次いで、520℃の巻取温度にて巻き取った。次いで、該熱延板に、1100℃にて60sの熱延板焼鈍を施して熱延焼鈍板とした。次いで、熱延焼鈍板に一次冷間圧延を施して最終板厚0.22mmの冷延板とした。その後は、上記と全く同等の方法によって、冷延板に一次再結晶焼鈍を施して一次再結晶焼鈍板とした後、一次再結晶焼鈍板に二次再結晶焼鈍を施して方向性電磁鋼板とした。

[0024] 巻取り後の熱延板のL断面のミクロ組織を観察した結果、上記同様、圧延方向に伸長した結晶粒が数多く認められたが、後述する再結晶率 Y は上記よりも高く、20%であった。また、熱延焼鈍板のL断面のミクロ組織を観察

した結果、圧延方向に伸長した結晶粒の割合は上記の例に比較して少なく認められた。二次再結晶焼鈍後の方向性電磁鋼板の磁束密度 B_8 をエプスタイン試験によって評価した結果、1.941Tであった。

[0025] 上記の結果より、本発明者らは、熱間圧延の粗圧延工程が、熱延板のミクロ組織に強く影響をおよぼすことを知見した。さらに、本発明者らは、熱延板のミクロ組織を適切に制御することによって、二次再結晶焼鈍後の方向性電磁鋼板の磁束密度が高くなるとの考えを得た。インヒビタを積極的に利用する方法においては、スラブ加熱温度が高く加熱後の結晶粒が大きいことから、熱間圧延時に再結晶が生じにくい。このため、本発明者らは、インヒビタを積極的に利用する方法にこそ、粗圧延の条件の適正化により熱延板の組織を制御することによる効果があると考え、本開示を見出すに至った。

[0026] また、本発明者らは、熱延板のミクロ組織を適切に制御することができれば、インヒビタを積極的に利用する方法における適正な熱延板焼鈍温度が新規に決まる可能性があると考えた。

[0027] 以上をふまえ、本発明者らは、さらに以下の実験を行った。

[0028] 《実験2》

残部がFeおよび不可避的不純物からなる鋼素材(C:0.065mass%、Si:3.40mass%、Mn:0.060mass%、sol. Al:0.017mass%、N:0.007mass%、Se:0.006mass%、Sb:0.035mass%)を溶製し、鋼スラブとした後、1330℃に鋼スラブをスラブ加熱し、1200℃における板厚真ひずみ $\epsilon_t 0.6$ での1パス圧延、1150℃における板厚真ひずみ $\epsilon_t 0.5$ での1パス圧延、1100℃における板厚真ひずみ $\epsilon_t 0.4$ での1パス圧延からなる粗圧延を施して粗圧延板とした。次いで、粗圧延板に仕上げ圧延終了温度を1060℃として仕上げ圧延を施して、板厚2.1mmの熱延板とした。次いで、仕上げ圧延終了後1s後に80℃/sの冷却速度にて5sの冷却を施し、次いで、520℃の巻取温度にて巻き取った。こうして得られた熱延板を、以下、熱延板Aと称する。また、上記と同じ成分組成を有する鋼ス

ラブを、1310℃にスラブ加熱し、1220℃における板厚真ひずみ0.6での1パス圧延、1180℃における板厚真ひずみ0.3での1パス圧延、および1100℃における板厚真ひずみ0.4での1パス圧延からなる粗圧延を施して粗圧延板とした。次いで、粗圧延板に仕上げ圧延終了温度を1060℃として仕上げ圧延を施して、板厚2.1mmの熱延板とした。次いで、仕上げ圧延終了後1s後に80℃/sの冷却速度にて5sの冷却を施し、次いで、520℃の巻取温度にて巻き取った。こうして得られた熱延板を、以下、熱延板Bと称する。熱延板A、熱延板Bそれぞれについて、1030℃にて90s、1070℃にて90s、1100℃にて90s、および1130℃にて90sの4条件で熱延板焼鈍を施して熱延焼鈍板とした。次いで、熱延焼鈍板に圧延率90%にて冷間圧延を施して最終板厚0.22mmの冷延板とした。その後は、公知の方法によって、冷延板に一次再結晶焼鈍を施して一次再結晶焼鈍板とした後、一次再結晶焼鈍板に二次再結晶焼鈍を施して方向性電磁鋼板とした。表1に、熱延板AおよびBを用いた方向性電磁鋼板の磁束密度 B_8 を示す。熱延板Aを使った実験では、方向性電磁鋼板の磁束密度が最大となった熱延板焼鈍の温度が1100℃であったのに対して、熱延板Bを使った実験では、方向性電磁鋼板の磁束密度が最大となった熱延板焼鈍の温度が1130℃であった。

[0029] [表1]

表1

熱延板焼鈍均熱温度(℃)	熱延板Aを使った実験で得られた磁束密度 B_8 (T)	熱延板Bを使った実験で得られた磁束密度 B_8 (T)
1030	1.932	1.926
1070	1.940	1.929
1100	1.942	1.932
1130	1.935	1.936

[0030] 上記の結果より、本発明者らは、熱延板焼鈍を、熱延板のミクロ組織に応じて適切に定めることにより、さらに高い磁束密度が得られるのではないかと考えに至った。

[0031] 続いて、本発明者らは、熱延板の再結晶率 γ におよぼす粗圧延の影響をよ

り詳しく調べるため、以下の実験を行った。

[0032] 《実験3》

残部がFeおよび不可避免的不純物からなる鋼素材（C：0.060mass%、Si：3.40mass%、Mn：0.060mass%、sol. Al：0.017mass%、N：0.008mass%、Se：0.006mass%、Cu：0.03%、As：0.005mass%、Sb：0.02mass%）を溶製し、鋼スラブとした後、1330℃に鋼スラブをスラブ加熱した。次いで、鋼スラブに圧延スケジュールの条件を種々変化させて粗圧延を施して粗圧延板とした。次いで粗圧延板に仕上げ圧延終了温度を1040～1100℃として仕上げ圧延を施して、板厚2.2mmの熱延板とした。次いで、仕上げ圧延終了後1s後に80℃/sの冷却速度にて5sの冷却を施し、次いで、500～550℃の巻取温度にて巻き取った。巻き取り後の熱延板のL断面のミクロ組織を観察し、再結晶率Yを評価した。再結晶率Yの評価方法については後述する。表2に、結果を示す。

[0033]

[表2]

No.	1パス目		2パス目		3パス目		4パス目		Y (%)
	ひずみ (%)	温度 (°C)	ひずみ (%)	温度 (°C)	ひずみ (%)	温度 (°C)	ひずみ (%)	温度 (°C)	
1	38	1250	62	1200	63	1155	無し	-	20
2	53	1250	47	1200	63	1155	無し	-	19
3	49	1250	54	1200	56	1155	無し	-	18
4	37	1250	52	1200	69	1155	無し	-	22
5	49	1250	61	1200	49	1120	無し	-	12
6	37	1200	59	1120	63	1110	無し	-	10
7	58	1250	36	1200	69	1110	無し	-	15
8	32	1260	53	1230	51	1200	41	1110	20
9	49	1260	69	1210	63	1170	無し	-	23
10	59	1260	55	1210	63	1170	無し	-	24
11	71	1260	36	1210	69	1170	無し	-	20
12	71	1260	50	1210	56	1170	無し	-	22
13	67	1240	43	1200	49	1155	無し	-	15
14	52	1200	69	1120	56	1100	無し	-	10
15	52	1250	69	1200	56	1100	無し	-	15
16	32	1250	35	1220	54	1200	56	1155	27
17	49	1160	54	1100	56	1000	無し	-	3

[0034] 本発明者らは、本結果をもとに、以下の傾向 (i) ~ (iii) を推定するに至った。

(i) (γ 相分率が最大となる温度 -20°C) 以上の温度にて、導入される板厚真ひずみ ε_t が0.50以上の圧延を少なくとも2パス以上含む粗圧延を鋼スラブに施せば、熱延板において15%以上の高い再結晶率 Y を得ることができる。ここで、本実験で γ 相分率が最大となる温度は、 1150°C であることが事前の平衡計算により分かっている。

[0035] (ii) 熱間圧延における粗圧延が、(γ 相分率が最大となる温度 -20°C) 以上、かつ、(γ 相分率が最大となる温度 $+50^{\circ}\text{C}$) 以下の温度にて、少なくとも1パスの圧延を含むことによって、さらに高い再結晶率 Y (上記結果では、18%以上) を得ることができる。

[0036] (iii) 粗圧延のパス回数が計4パス以上である場合、さらに高い再結晶率 Y (上記結果では、20%以上) を得ることができる。

[0037] 続いて、本発明者らは、再結晶率 Y が異なる熱延板ごとに、続く熱延板焼鈍の均熱温度を数水準変えた実験を行った。

[0038] 《実験4》

はじめに、実験3で作製した巻き取り後の板厚2.2mmの熱延板を供試材とし、均熱温度を幾つか変更した条件にて熱延板焼鈍を施した。均熱時間は、100sとした。均熱後は、 $600\sim 450^{\circ}\text{C}$ まで2分間の放冷を行い、その後 100°C まで水冷を行って、熱延焼鈍板を得た。熱延焼鈍後は、熱延焼鈍板に圧延率90%にて冷間圧延を施して最終板厚0.22mmの冷延板とした。その後は、公知の方法によって、冷延板に一次再結晶焼鈍を施して一次再結晶焼鈍板とした後、一次再結晶焼鈍板に二次再結晶焼鈍を施して方向性電磁鋼板とした。得られた方向性電磁鋼板の磁束密度 B_8 を後述するエプスタイン試験によって評価した。表3に、熱延板焼鈍の均熱温度と得られた方向性電磁鋼板の磁束密度 B_8 を示す。各熱延板の再結晶率 Y と、最大の磁束密度 B_8 を与えた熱延焼鈍板の均熱温度との関係を調査した結果、およそ、熱延板焼鈍の均熱温度が、 $(1150 - 2.5Y)^{\circ}\text{C}$ の場合に、高い磁束密

度が得られることが明らかとなった。

[0039] [表3]

No.	Y (%)	均熱温度 (°C)								1150-2.5Y
		1000	1050	1075	1100	1125	1150			
1	20	1.873	1.913	1.940	1.942	1.925	1.893			1100
2	19	1.868	1.904	1.930	1.939	1.923	1.895			1103
3	18	1.865	1.905	1.931	1.939	1.921	1.899			1105
4	22	1.874	1.911	1.941	1.939	1.927	1.903			1095
5	12	1.844	1.892	1.923	1.930	1.929	1.914			1120
6	10	1.835	1.880	1.910	1.921	1.928	1.920			1125
7	15	1.840	1.884	1.918	1.933	1.925	1.909			1113
8	20	1.853	1.900	1.938	1.940	1.929	1.916			1100
9	23	1.864	1.901	1.935	1.943	1.930	1.911			1093
10	24	1.871	1.914	1.943	1.941	1.926	1.914			1090
11	20	1.853	1.898	1.929	1.939	1.924	1.900			1100
12	22	1.852	1.906	1.937	1.933	1.927	1.903			1095
13	15	1.845	1.890	1.928	1.934	1.921	1.906			1113
14	10	1.842	1.889	1.921	1.930	1.935	1.927			1125
15	15	1.831	1.881	1.924	1.932	1.927	1.899			1113
16	27	1.840	1.903	1.945	1.942	1.932	1.918			1083
17	3	1.827	1.874	1.905	1.914	1.921	1.915			1143

表3

[0040] 以下、本開示の実施形態について説明する。なお、本開示は以下の実施形態に限定されない。まず、本発明の方向性電磁鋼板の素材に用いる鋼スラブの成分組成の適正範囲およびその限定理由について説明する。なお、以下の説明において、「～」を用いて表される数値範囲は、「～」の前後に記載される数値を下限値および上限値として含む範囲を意味する。

[0041] C : 0.005～0.085 mass%

Cは、0.005 mass%に満たないと、Cによる粒界強化効果が失われ、スラブに割れを生じ、製造に支障をきたす。また、圧延加工中のひずみ時効によって生じる、磁気特性向上に好ましい不均一変形を抑制する。一方、C量が0.085 mass%を超えると、一次再結晶焼鈍で、C量を磁気時効の起こらない0.005 mass%以下に低減することが困難となる。よって、Cは0.005～0.085 mass%の範囲とする。C量は、好ましくは0.010 mass%以上、より好ましくは0.030 mass%以上とする。また、C量は、好ましくは0.080 mass%以下、より好ましくは0.070 mass%以下とする。

[0042] Si : 2.00～4.50 mass%

Siは、鋼板の比抵抗を高め、鉄損を低減するために重要な元素である。2.00 mass%未満のSi添加では、これらの効果が十分に発揮できない。一方、Si量が4.50 mass%を超えると、鋼板の脆性が増し、圧延加工が困難となる。よって、Siは2.00～4.50 mass%の範囲とする。Si量は、好ましくは2.50 mass%以上、より好ましくは3.0 mass%以上とする。また、Si量は、好ましくは4.50 mass%以下、より好ましくは4.0 mass%以下とする。

[0043] Mn : 0.03～1.00 mass%

Mnは、鋼の熱間加工性を改善するために必要な元素である。上記効果を得るためには、Mn量が0.03 mass%未満では十分ではない。一方、Mn量が1.00 mass%を超えると、製品板の磁束密度が低下するようになる。よって、Mnは0.03～1.00 mass%の範囲とする。Mn

量は、好ましくは0.05 mass%以上、より好ましくは0.06 mass%以上とする。Mn量は、好ましくは0.20 mass%以下、より好ましくは0.15 mass%以下とする。

[0044] 酸可溶性Al (sol. Al) : 0.008 mass%以上0.030 mass%未満

Alは、インヒビタとしての役割を担い、Goss方位粒を二次再結晶させるのに重要な元素であり、その効力を発揮するために0.008 mass%以上が必要である。一方、過度に添加されると、粒成長が過度に抑止されGoss方位粒が二次再結晶しなくなるばかりか、表面に緻密な酸化膜を形成し、窒化の際にその窒化量の制御を困難にしたり、脱炭を阻害したりすることがあるため、sol. Alで0.030 mass%未満に抑制する。Al量は、好ましくは0.010 mass%以上、より好ましくは0.013 mass%以上とする。Al量は、好ましくは0.022 mass%以下、より好ましくは0.020 mass%以下とする。

[0045] N : 0.004~0.009 mass%

Nは、Alと同様、インヒビタとしての役割を担い、Goss方位粒を二次再結晶させるのに重要な元素であり、その効力を発揮するために0.004 mass%以上の添加が必要である。一方で、Nは、スラブ加熱時にフクレなどの欠陥の原因となることもあるため、0.009 mass%以下に抑制する。また、Nは、Alと結合してAlNとして析出し、AlおよびNは原子量比で1:1で結合しているため、Alに対して原子量比で1以上のN、すなわちsol. Alのmass%含有量:[%sol. Al]に対し、 $(14.00/26.98) \times [\%sol. Al]$ から過度に逸脱した範囲で含有させても、インヒビタの効果を十分に発揮できない。よって、N量は0.009 mass%以下とする。好ましくは、N量は、 $(14.00/26.98) \times [\%Sol. Al] - 0.002 mass%$ 以上の条件を満たす。また、好ましくは、N量は、 $(14.00/26.98) \times [\%Sol. Al] + 0.002 mass%$ 以下の条件を満たす。

[0046] S : 0.0005~0.02mass%およびSe : 0.0005~0.02mass%の少なくとも一方

SおよびSeは、Mnと結合してインヒビタを形成するが、SおよびSeのうちから選んだ1種または2種の含有量が0.0005mass%未満では、インヒビタの絶対量が不足し、正常粒成長の抑制力不足となる。一方で、SおよびSeのうちから選んだ1種または2種の含有量が0.02mass%を超えると、二次再結晶焼鈍において、脱S、脱Seが不完全となるため、鉄損劣化を引き起こす。そのため、SおよびSeのうちから選んだ1種または2種は、それぞれ0.0005~0.02mass%の範囲とする。SおよびSeのうちから選んだ1種または2種の含有量は、好ましくはそれぞれ0.001mass%以上、より好ましくは0.002mass%以上とする。また、SおよびSeのうちから選んだ1種または2種の含有量は、好ましくはそれぞれ0.01mass%以下、より好ましくは0.008mass%以下の範囲である。

[0047] 鋼スラブの成分組成の上記成分以外の残部は、Feおよび不可避免の不純物である。

[0048] 成分組成は、さらに、Sb : 0.005~0.500mass%およびSn : 0.005~0.50mass%からなる群から選ばれる1種または2種以上を含有していてもよい。

[0049] Sb : 0.005~0.500mass%

Sbは、インヒビタとして、Goss方位粒の選択成長性を高めるのに必要な元素であり、その効果を得るために0.005mass%添加する。一方で、過度に添加した場合、圧延性を損ない、製造に支障をきたすことから、上限は0.500mass%とする。Sb量は、好ましくは0.010mass%以上、より好ましくは0.015mass%以上とする。また、Sb量は、好ましくは0.20mass%以下、より好ましくは0.10mass%以下とする。

[0050] Sn : 0.005~0.500mass%

Snは、インヒビタとして、Goss方位粒の選択成長性を高めるのに必要な元素であり、その効果を得るために0.005mass%添加する。一方で、圧延性をより良好とするために、上限は0.500mass%とする。Sn量は、好ましくは0.010mass%以上、より好ましくは0.015mass%以上とする。また、Sn量は、好ましくは0.20mass%以下、より好ましくは0.10mass%以下とする。

[0051] なお、本開示では、磁気特性の改善等を目的として、さらに、Ni:0.01~1.50mass%、Cr:0.005~0.50mass%、Cu:0.03~0.50mass%、P:0.005~0.500mass%、As:0.0005~0.05mass%、Bi:0.005~0.500mass%、Mo:0.005~0.100mass%、B:0.0002~0.0025mass%、Te:0.0005~0.0100mass%、Zr:0.001~0.010mass%、Nb:0.001~0.010mass%、V:0.001~0.010mass%およびTa:0.001~0.010mass%のうちから選ばれる1種または2種以上を適宜含有していてもよい。

[0052] Crを上記の範囲内で添加すれば、被膜形成を促進することができる。Crを添加する場合、その添加量は、より好ましくは0.01mass%以上とする。また、Crを添加する場合、磁束密度 B_8 をより好適な範囲内とするために、その添加量は、より好ましくは0.1mass%以下とする。

[0053] また、Niを上記の範囲内で添加すれば、 γ 相分率を増大させることができる。Niを添加する場合、製造コストをより低減するため、また、鋼の脆化を防ぐために、その添加量は、より好ましくは0.5mass%以下とする。

[0054] 次に、本発明の方向性電磁鋼板の製造方法について説明する。

前述した成分組成を有する鋼素材を、常法の精錬プロセスで溶製した後、常法の造塊一分塊圧延法または連続鋳造法で鋼スラブとする。あるいは、直接鋳造法で100mm以下の厚さの薄い鋼スラブを製造してもよい。上記鋼

スラブは、 γ 相析出温度超かつ 1380°C 以下の温度にスラブ加熱し、熱間圧延に供する。 γ 相析出温度は、事前に、Thermo-Calc (Thermo-Calc Software AB社)などの平衡計算ソフトを用いて見積もるか、あるいは、実験的に検証してもよい。Thermo-Calc ver 2017bを用いて γ 相析出温度を見積もる場合、データベースとして、TCFE7: TCS Steel and Fe-alloy s Database v7.0を用いる。計算には、本データベースで利用できる元素のみを用いる。再加熱中に γ 相が析出すると、Cが γ 相へ濃化し、組織が不均一になって、高い磁束密度が得られなくなる。また、 1380°C 超でスラブ加熱すると、熱間圧延前のフェライト粒径が過度に大きくなって、再結晶率が低くなり、最終焼鈍後、高い磁束密度が得られなくなる。スラブ加熱の温度は、好ましくは 1360°C 以下である。なお、スラブ加熱の温度は、鋼スラブの表面温度を基準とする。

[0055] 次いで、スラブ加熱した鋼スラブに、(γ 相分率が最大となる温度 -20°C)以上の温度にて、導入される板厚真ひずみ ε_t が 0.50 以上の圧延を2パス以上含む粗圧延を施して粗圧延板とする。ここで、板厚真ひずみ ε_t は下記(1)式で算出される。

$$\varepsilon_t = -\ln(\text{圧延後の板厚} / \text{圧延前の板厚}) \dots (1)$$

より高温で圧延すること、さらに、1パスの圧下率を増大することによって、ひずみ導入が促進され、フェライト組織がより再結晶しやすくなるためである。これによって、仕上げ圧延前のフェライト組織を微細化し、続く仕上げ圧延において、フェライトの再結晶を促進させることが可能になると考えられる。結果として、熱延板のミクロ組織にひずみの少ない結晶粒の割合を増大し、高い磁束密度を得ることができる。板厚真ひずみ ε_t は、より好ましくは、 0.60 以上とする。板厚真ひずみ ε_t の上限は特に限定されないが、 0.80 以下とすることが好ましい。

[0056] 粗圧延は、(γ 相分率が最大となる温度 -20°C)以上(γ 相分率が最大となる温度 $+50^{\circ}\text{C}$)以下での1パス以上の圧延を含むことが好ましい。(

γ 相分率が最大となる温度 -20°C)以上(γ 相分率が最大となる温度 $+50^{\circ}\text{C}$)以下での圧延においては、硬質の γ 相が多く分散した状態での圧延となる。そのため、フェライト中のひずみ導入が促進し、再結晶駆動力を高めることができ、仕上げ圧延前のミクロ組織を微細化させて、磁束密度 B_0 をより向上することができる。より好ましくは、粗圧延は、(γ 相分率が最大となる温度 -15°C)以上での1パス以上の圧延を含む。また、より好ましくは、粗圧延は、(γ 相分率が最大となる温度 $+40^{\circ}\text{C}$)以下での1パス以上の圧延を含む。なお、粗圧延の圧延温度は、鋼板表面の温度を基準とする。

[0057] また、粗圧延のパス回数は計4パスとすることが好ましい。粗圧延のパス回数を計4パスとすることによって、再結晶の回数を増やし、再結晶の回数を増やし、仕上げ圧延前のミクロ組織を微細化させ、磁束密度 B_0 をより向上することができる。

[0058] 仕上げ圧延では、仕上げ圧延終了温度を 900°C 以上とする。なお、仕上げ圧延終了温度は、コイル先端部およびコイル尾端部の鋼板表面の温度の平均値とする。仕上げ圧延終了温度が 900°C より低温であると、仕上げ圧延中にインヒビタが析出してしまい、熱延板のインヒビタが過度に粗大になるためである。インヒビタは、微細なほど、二次再結晶焼鈍中の $Goss$ 方位選択成長に有利であるから、熱延板の段階で微細に析出しておくことが好ましい。仕上げ圧延終了温度は、好ましくは、 950°C 以上とする。仕上げ圧延終了温度の上限は特に限定されないが、圧延後にインヒビタが粗大に析出することを防ぐために、 1000°C 以下とすることが好ましい。

[0059] インヒビタの粗大化を抑止するため、仕上げ圧延終了後2秒以内に、 $70^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 以上の冷却速度にて、熱延板に1秒間以上の冷却を施し、冷却後の前記熱延板を巻取温度 600°C 以下で巻取って、熱間圧延工程を完了する。好ましくは、仕上げ圧延終了後1秒以内に、熱延板に冷却を施す。また、上記冷却時間は2秒間以上とすることが好ましい。冷却時間の上限は特に限定されないが、8秒間以下とすることが好ましい。上記冷却速度は、 $80^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 以上とすることがより好ましい。上記冷却速度の上限は特に限定されないが

、 $300^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 以下とすることがより好ましい。なお、冷却速度は、鋼板表面の温度を基準とする。巻取温度の下限は特に限定されないが、 450°C 以上とすることが好ましい。巻取温度は、 600°C 以下とする。巻取温度は、熱延板のストリップ先端部の鋼板表面温度と尾端部の鋼板表面温度との平均値とする。

[0060] 続いて、仕上げ圧延終了後、熱延板焼鈍の前までに、スキンプラス圧延を行ってもよい。スキンプラス圧延により、鋼板の形状を強制することができる。スキンプラス圧延の伸長率は 0.05% 以上とすることが好ましい。スキンプラス圧延の伸長率を 0.05% 以上として熱延板にひずみを導入することにより、続く熱延板焼鈍工程でフェライト結晶粒の大きさを増大し、一次再結晶板の集合組織をより好ましいものにするを通じて、方向性電磁鋼板の磁束密度 B_8 をさらに増大させることが可能である。ただし、スキンプラス圧延によるひずみの導入は、熱延板の再結晶率 Y が 20% 以上の場合でないと効果が低い。スキンプラス圧延の伸長率は 0.1% 以上とすることがより好ましい。スキンプラス圧延の伸長率は 10% 以下とすることがより好ましい。

[0061] 次いで、仕上げ圧延後の熱延板、または上記のスキンプラス圧延をして得た熱延板に、熱延板焼鈍を施す。熱延板焼鈍において、熱延板の板厚中心層の再結晶率 Y に応じてインヒビタを適切に析出させることが本開示のポイントである。熱延板焼鈍の均熱温度は、 1000°C 以上とする。均熱温度が 1000°C 未満では、特に、本開示のように冷間圧延において中間焼鈍を設けない製造方法においては、 $A1$ などインヒビタ形成元素の拡散量が不足し、析出したインヒビタが適切な大きさにオストワルド成長できないためである。また、均熱温度が低い場合には、熱延板の圧延方向に伸びた結晶粒に残るひずみを除去できず、析出したインヒビタが十分に成長することが難しくなり、二次再結晶の発現が阻害される。一方で、均熱温度が高い場合には、インヒビタが溶体化し、析出できないインヒビタの量が増大してしまう。本開示では、均熱温度の上限は、熱延板の再結晶率 Y (%) に応じて決定し、具体的には $(1150 - 2.5Y)^{\circ}\text{C}$ 以下とする。すなわち、熱延板の再結晶率

Yが高い場合には、より低い均熱温度とすることによって、より多くのインヒビタが析出できるようにする。逆に、熱延板の再結晶率Yが低い場合には、フェライト組織中のひずみ除去を優先するために、より高い均熱温度で熱延板焼鈍を行う。熱延板焼鈍の均熱温度は、1050℃以上とすることがより好ましい。また、熱延板焼鈍の均熱温度は、 $(1150 - 2.8Y)$ ℃以下とすることがより好ましい。なお、熱延板焼鈍の均熱温度は、鋼板表面の温度を基準とする。

[0062] ここで、熱延板の板厚中心層の再結晶率Yは、以下の通り求める。はじめに、熱延板のL断面のミクロ組織を、SEM-EBSD法 (scanning electron microscope-electron back scattering diffraction) にて測定する。熱延板のL断面を研磨して、観察面とする。測定は、観察面の板厚1/5深さ位置 (鋼板片面から板厚方向に20%内部に入った層) から板厚4/5深さ位置 (上記片面から板厚方向に80%内部に入った層) までの板厚中心層が入るようにする。圧延方向の測定領域は、1mm以上とする。Step sizeは、1.5μmとする。得られたデータをOIM Analysis (v9) などのソフトによって解析し、Kernel average misorientation (KAM) マップ解析を行う。KAM値の計算点は、第2近接点とする。KAM値は、組織における転位による局所的結晶方位変化を反映しており、微視的なひずみと良い相関があると考えられており、再結晶粒など、ひずみが少ない領域では、0.5以下の低い値を示す。ここでは、板厚1/4深さ位置～板厚3/4深さ位置の領域における、KAM値が0.4以下となる領域の面積率を、再結晶率Yとする。なお、KAM値の評価において、測定する板厚範囲は極めて重要である。一般的に、熱延工程では、鋼板表面側は大きなせん断歪みを受ける。歪みは再結晶発現の駆動力となるため、熱延板の再結晶率は、板厚表層側でより高い値を示す。例えば、板厚1/4深さ位置～板厚3/4深さ位置から求めたKAM値0.4以下となる領域の面積率が29%である試料について、板厚全厚でKAM値が

0.4以下となる領域の面積率を求めると50%となった。

[0063] 特に優れた磁束密度 B_0 を得るために、熱延板の再結晶率 Y は、好ましくは15%以上、より好ましくは18%以上、さらに好ましくは20%以上、最も好ましくは24%以上とする。

[0064] 熱延板焼鈍後、熱延焼鈍板に冷間圧延を施して最終板厚を有する冷延板とする。中間焼鈍を設けない本方法において、熱延板焼鈍の均熱時間は60秒以上として、析出したインビタのオストワルド成長を促進させる。均熱後は、鋼板温度を高めることなく、急冷、徐冷、等温保持のいずれかの方法あるいはそれらの組み合わせによって、熱延焼鈍板を80℃以下まで冷却する。ここで、(1) 800℃以上の温度域はインビタのオストワルド成長に重要な温度域である。そのため、均熱温度から800℃までの第一平均冷却速度 v_1 は、インビタの成長を促進するため、40℃/s未満とすることが好ましい。均熱温度から800℃までの第一平均冷却速度 v_1 は、より好ましくは、30℃/s以下とする。(2) 650~800℃の温度域は、炭化物の析出にかかわる温度域である。粗大な炭化物の形成を抑制するため、800℃から650℃までの第二平均冷却速度 v_2 は、第一平均冷却速度 v_1 以上とすることが好ましい。(3) 400~650℃の温度域は、窒化ケイ素の析出に関わる温度域である。熱延板が650℃から400℃までの温度域にある滞留時間 t_3 は10秒以上とすることが好ましい。滞留時間 t_3 を10秒以上とすることで、1000℃以上の高温で析出できなかったNを、窒化ケイ素として析出させることができ、最終製品板の磁束密度が増大する。詳細メカニズムについては不明な点が多いが、熱延焼鈍板にNが窒化ケイ素として析出している場合、Nが固溶の状態で存在している場合に比較して、脱炭焼鈍時のAlNの析出量が増大し、インビタの効果が強くなるために、最終製品板の磁束密度が増大するようである。本温度域で熱延板を10秒以上等温保持するか、水を使わない冷却方法によって10秒以上熱延板を冷却することにより、650℃から400℃までの温度域における熱延板の滞留時間 t_3 を10秒以上とすることができる。より好ましくは、650℃から40

0℃までの温度域における熱延板の滞留時間 t_3 を15秒以上とする。(4) 400℃以下は、炭化物の粗大化抑制または固溶炭素量の確保に係る温度域である。本温度域にて、50℃/s以上の冷却速度で2秒以上の冷却を行うことが好ましい。より好ましくは、400℃以下での50℃/s以上の冷却速度での冷却を3秒以上行う。なお、熱延板焼鈍の各冷却温度および冷却速度は、鋼板表面の温度を基準とする。

[0065] 冷間圧延は、タンデム圧延（一方向圧延）、リバース圧延いずれの方法でも良く、公知の温間圧延技術、もしくはパス間時効技術を利用してもよい。冷間圧延の圧延率は88%以上91%以下とする。冷間圧延の圧延率が88%以上91%以下であれば、一次再結晶板の集合組織を二次再結晶時のGoss方位選択成長に好ましい組織とすることができる。

[0066] 冷延板の最終板厚は、圧延負荷軽減の点から、0.15mm以上であることが好ましい。方向性電磁鋼板の最終板厚の上限は特に限定されないが、0.30mmであることが好ましい。

[0067] 最終板厚とした冷延板には、その後、一次再結晶焼鈍を施す。この一次再結晶焼鈍における焼鈍温度は、脱炭焼鈍を兼ねる場合には、脱炭反応を速やかに進行させる観点から、800～900℃の範囲とすることが好ましく、また、雰囲気は湿潤雰囲気とするのが好ましい。なお、一次再結晶焼鈍とは別に脱炭焼鈍を行ってもよい。なお、一次再結晶焼鈍の焼鈍温度は、鋼板表面の温度を基準とする。

[0068] 次に、一次再結晶焼鈍板に二次再結晶焼鈍を施して方向性電磁鋼板を得る。鉄損特性および変圧器の騒音の低減を特に重視する場合には、MgOを主体とする焼鈍分離剤を一次再結晶焼鈍板の表面（片面または両面）に塗布して、乾燥した後、二次再結晶焼鈍を施すことが好ましい。ここで、MgOを主体とするとは、焼鈍分離剤全体に対し、MgOを質量%で80%以上含有することを指す。焼鈍分離剤を一次再結晶焼鈍板の表面に塗布してから二次再結晶焼鈍を施すことで、Goss方位に高度に集積させた二次再結晶組織を発達させるとともに、フォルステライト被膜を鋼板表面に形成させるこ

とができる。一方、打抜加工性を重視し、フォルステライト被膜を形成させない場合には、焼鈍分離剤を適用しないか、あるいは、シリカまたはアルミナ等を主体とした焼鈍分離剤を用いて二次再結晶焼鈍を施すことが好ましい。ここで、シリカまたはアルミナ等を主体とするとは、焼鈍分離剤全体に対し、シリカまたはアルミナ等を質量%で80%以上含有することを指す。なお、フォルステライト被膜を形成しない場合、焼鈍分離剤の塗布を、水分を持ち込まない静電塗布によって行うことも有効である。また、焼鈍分離剤に代えて、公知の耐熱無機材料シートを用いてもよい。耐熱無機材料シートは、例えば、シリカ、アルミナ、およびマイカを含む。

[0069] 二次再結晶焼鈍の条件としては、フォルステライト被膜を形成させる場合には、800~1050℃付近に20時間以上保定して二次再結晶を発現、完了させた後、1100℃以上の温度まで昇温することが好ましい。鉄損特性を重視し、純化处理を施す場合には、さらに1200℃程度の温度まで昇温することがより好ましい。一方、フォルステライト被膜を形成させない場合には、二次再結晶が完了すればよいので、800~1050℃までの昇温で焼鈍を終了することができる。なお、二次再結晶焼鈍の焼鈍温度は、鋼板表面の温度を基準とする。あるいは、鋼板表面の温度を直接測定することが難しい場合には、炉温等から推定した鋼板表面の温度を二次再結晶焼鈍の焼鈍温度としてもよい。

[0070] また、二次再結晶焼鈍後の二次再結晶焼鈍板（方向性電磁鋼板）に、水洗やブラッシング、酸洗等で、鋼板表面に付着した未反応の焼鈍分離剤を除去してもよい。また、二次再結晶焼鈍板に、さらに平坦化焼鈍を施してもよい。二次再結晶焼鈍は、通常、コイル状態で行うため、コイルの巻き癖が付く。この巻き癖は鉄損特性を劣化するおそれがある。平坦化焼鈍を施すことにより、形状矯正して、鉄損をさらに低減させることができる。さらに、鋼板を積層して使用する場合には、上記平坦化焼鈍において、あるいは、その前後において、鋼板表面に絶縁被膜を被成することが有効である。特に、鉄損の低減を図るためには、絶縁被膜として、鋼板に張力を付与する張力付与被

膜を形成することが好ましい。張力付与被膜の形成には、バインダーを介して張力付与被膜を塗布する方法の他、フォスフェイト被膜の代わりに、物理蒸着法または化学蒸着法により無機物を鋼板表層に蒸着させ、その上に絶縁被膜を形成する方法を採用することができる。これらの方法によれば、被膜密着性に優れかつ著しく鉄損低減効果が大きい絶縁被膜を形成することができる。

[0071] また、鉄損をより低減するためには、方向性電磁鋼板に磁区細分化処理を施すことが好ましい。磁区細分化処理の方法としては、方向性電磁鋼板（最終製品板）表面（表面または裏面）に溝を形成する方法、プラズマ照射、レーザー照射および電子ビーム照射等によって線状または点状に熱歪や衝撃歪を導入する方法、最終板厚に冷間圧延した冷延板や中間工程の鋼板表面にエッチング加工を施して溝を形成する方法等、公知の磁区細分化処理方法を用いることができる。

[0072] なお、上記した条件以外の製造条件は、常法によることができる。

[0073] 本開示に示された技術により、Alを0.008mass%以上含有することでインヒビタを積極的に利用した成分系であっても、粗圧延のパススケジュールを適正に管理し、熱延板におけるひずみの少ない結晶粒の存在頻度を増大させることによって、一次再結晶板に、二次再結晶後の磁束密度増大に有利な結晶集合組織を形成させることが可能となった。その結果、従来技術に比べて、より優れた磁気特性を有する方向性電磁鋼板を製造できるようになった。本技術によって作製した方向性電磁鋼板を変圧器に使用すれば、エネルギー使用効率を低減することができるだけでなく、変圧器騒音も低減できる。方向性電磁鋼板の製造方法によれば、変圧器などの電力機器を高効率に使用することが可能となるだけでなく、磁気ひずみに起因する動作時の騒音低減にも寄与することができる。

[0074] 本開示によれば、従来技術に比べて優れた磁気特性を発現することができる。本開示に係る製造方法によれば、磁束密度 B_8 が1.935T以上の方向性電磁鋼板を製造することができる。なお、磁束密度 B_8 は、方向性電磁鋼板

からエプスタイン試験片を切り出し、JIS C2550に記載のエプスタイン法に準拠して測定した。

実施例

- [0075] 表4に示した成分を有し、残部がFeおよび不可避的不純物からなる鋼素材を溶製し、連続鋳造法にて鋼スラブとした。該鋼スラブを、表5に示す条件にてスラブ加熱し、鋼スラブに粗圧延を施して粗圧延板とし、粗圧延板に仕上げ圧延を施して熱延板とし、仕上げ圧延終了後1.5秒以内に熱延板に冷却を施し、冷却後の熱延板を巻取り、該熱延板に熱延板焼鈍を施して熱延焼鈍板とした。 γ 相析出温度、および γ 相分率が最大となる温度(γ 相分率最大温度)は、Thermo-Calc ver. 2017bによって計算した。
- [0076] ここで、粗圧延の条件(1)は、「(γ 相分率が最大となる温度 -20°C)以上の温度にて、導入される板厚真ひずみ ε_t が0.50以上の圧延を2パス以上」とする。条件(2)は、「(γ 相分率が最大となる温度 -20°C)以上(γ 相分率が最大となる温度 $+50^{\circ}\text{C}$)以下での1パス以上の圧延」とする。条件(3)は、「粗圧延のパス回数が計4パス」とする。表5中では、これら条件を満たす場合に○、満たさない場合に×を記した。仕上げ圧延終了温度(FDT)は、ストリップ先端部の鋼板表面温度と尾端部の鋼板表面温度との平均値とした。熱延後の板厚はいずれの例においても2.2~2.3mmであった。表5に示した条件での熱延板焼鈍の後には、圧延率90%にて板厚0.22mmまで冷間圧延した。次に、60vol% H_2 -40vol% N_2 、露点: 58°C の湿潤雰囲気下で、 860°C にて120sの一次再結晶焼鈍を施して一次再結晶板とした。該一次再結晶板表面にMgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布してから、 1200°C で50時間の二次再結晶焼鈍を行い、引き続きリン酸塩系の絶縁張力コーティングの塗布、焼付けと鋼帯の平坦化を目的とする平坦化焼鈍とを施して製品板とした。得られた製品板からエプスタイン試験片を切り出し、上述した方法により、磁束密度 B_8 を測定した。また、巻取り後の熱延板の再結晶率 Y を、上述した方法にて測定し

た。表5に結果を示す。なお、磁束密度 B_0 が1.935 T以上であれば、磁束密度に優れると判断した。

[0077]

[表4]

No.	成分組成 (mass%)													γ相析出 温度 (°C)	γ相分率 最大温度 (°C)
	C	Si	Mn	Al	N	Se	S	Sb	Sn	その他					
A	0.055	3.39	0.08	0.014	0.0071	-	0.0030	0.015	-	-	-	-	-	1310	1142
B	0.052	3.38	0.08	0.015	0.0075	0.003	0.0015	0.020	-	-	-	-	-	1301	1151
C	0.060	3.41	0.08	0.014	0.0070	0.006	-	0.030	-	-	-	-	-	1324	1150
D	0.058	3.32	0.06	0.017	0.0085	0.010	-	0.030	-	-	-	-	Ni: 0.35, Cr: 0.05, Cu: 0.05	1350	1160
E	0.049	3.41	0.06	0.018	0.0087	0.010	-	0.040	0.015	-	-	-	P: 0.03, Mo: 0.025	1280	1130
F	0.055	3.38	0.08	0.016	0.0080	-	0.0030	0.030	-	-	-	-	As: 0.0007, Bi: 0.007	1310	1140
G	0.055	3.37	0.07	0.016	0.0075	-	0.0030	0.080	-	-	-	-	B: 0.0005, Nb: 0.005	1308	1140
H	0.065	3.32	0.08	0.016	0.0075	0.008	0.0006	0.035	-	-	-	-	Mo: 0.010, Te: 0.002, Zr: 0.003	1343	1160
I	0.055	3.30	0.12	0.015	0.0070	0.008	-	0.030	-	-	-	-	Ni: 0.05, Cr: 0.05, Cu: 0.05, P: 0.05, Ta: 0.001	1318	1150
J	0.045	3.42	0.11	0.013	0.0065	0.008	0.0006	0.030	-	-	-	-	V: 0.006, Ta: 0.003	1281	1130
K	0.074	3.38	0.07	0.016	0.0080	0.007	0.0050	0.050	-	-	-	-	Mo: 0.010, Cr: 0.01	1338	1160
L	0.072	3.40	0.13	0.021	0.0085	0.007	0.0060	0.030	-	-	-	-	Cu: 0.03, B: 0.0005, P: 0.10	1338	1160
M	0.055	3.40	0.13	0.018	0.0090	0.010	0.0050	-	0.120	-	-	-	Cu: 0.03, B: 0.0005	1302	1150
N	0.065	3.40	0.13	0.014	0.0070	0.010	0.0050	-	-	-	-	-	Cr: 0.07, Mo: 0.015	1325	1160

表4

請求の範囲

[請求項1]

C : 0.005 ~ 0.085 mass %、

Si : 2.00 ~ 4.50 mass %、

Mn : 0.03 ~ 1.00 mass %、

sol. Al : 0.008 mass %以上0.030 mass %未満および

N : 0.004 ~ 0.009 mass %以下

を含有し、さらに、

S : 0.0005 ~ 0.02 mass %およびSe : 0.0005 ~ 0.02 mass %の少なくとも一方を含有し、残部がFeおよび不可避免的不純物からなる成分組成を有する鋼スラブを、 γ 相析出温度超かつ1380℃以下にスラブ加熱し、

次いで、前記鋼スラブに対し、(γ 相分率が最大となる温度-20℃)以上の温度にて、導入される板厚真ひずみ ϵ_t が0.50以上の圧延を2パス以上含む粗圧延を施して、粗圧延板とし、

次いで、前記粗圧延板に、圧延終了温度を900℃以上として仕上げ圧延を施して熱延板とし、

次いで、前記仕上げ圧延終了後2秒以内に、70℃/s以上の冷却速度にて、前記熱延板に1秒間以上の冷却を施し、

冷却後の前記熱延板を巻取温度600℃以下で巻取り、

次いで、巻取り後の前記熱延板を、巻取り後の前記熱延板の板厚中心層の再結晶率をY(%)としたときに、1000℃以上(1150-2.5Y)℃以下の均熱温度にて60秒以上均熱する熱延板焼鈍を施して熱延焼鈍板とし、

次いで、前記熱延焼鈍板に、圧延率88%以上91%以下の冷間圧延を施して最終板厚を有する冷延板とし、

次いで、前記冷延板に一次再結晶焼鈍を施して一次再結晶焼鈍板とし、

次いで、前記一次再結晶焼鈍板に二次再結晶焼鈍を施して方向性電磁鋼板を得る、方向性電磁鋼板の製造方法。

ここで、前記板厚真ひずみ ε_t は下記 (1) 式で算出される。

$$\varepsilon_t = -\ln(\text{圧延後の板厚} / \text{圧延前の板厚}) \dots (1)$$

[請求項2]

前記成分組成は、さらに、

Sb : 0.005 ~ 0.500 mass% および

Sn : 0.005 ~ 0.500 mass%

からなる群から選ばれる1種または2種を含有する、請求項1に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[請求項3]

前記成分組成は、さらに、

Ni : 0.01 ~ 1.50 mass%、

Cr : 0.005 ~ 0.50 mass%、

Cu : 0.03 ~ 0.50 mass%、

P : 0.005 ~ 0.500 mass%、

As : 0.0005 ~ 0.050 mass%、

Bi : 0.005 ~ 0.500 mass%、

Mo : 0.005 ~ 0.100 mass%、

B : 0.0002 ~ 0.0025 mass%、

Te : 0.0005 ~ 0.0100 mass%、

Zr : 0.001 ~ 0.010 mass%、

Nb : 0.001 ~ 0.010 mass%、

V : 0.001 ~ 0.010 mass% および

Ta : 0.001 ~ 0.010 mass%

からなる群から選ばれる1種または2種以上を含有する、請求項1または2に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

[請求項4]

前記粗圧延は、(γ 相分率が最大となる温度 - 20°C) 以上 (γ 相分率が最大となる温度 + 50°C) 以下での1パス以上の圧延を含む、請求項1から3のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

- [請求項5] 前記粗圧延のパス回数が計4パス以上である、請求項1から4のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。
- [請求項6] 前記均熱後の熱延板に、前記均熱温度から800℃までの第一平均冷却速度 v_1 を40℃/s未満とし、800℃から650℃までの第二平均冷却速度 v_2 を v_1 以上として冷却を施す、請求項1から5のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。
- [請求項7] 前記再結晶率 Y が18%以上である、請求項1から6のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。
- [請求項8] 前記再結晶率 Y が20%以上であり、前記仕上げ圧延終了後、熱延板焼鈍の前までに、伸長率0.05%以上のスキンプラス圧延を施す、請求項1から7のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。
- [請求項9] 前記方向性電磁鋼板の圧延方向の磁束密度 B_8 が1.940T以上である、請求項1から8のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2022/008970

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>C21D 8/12</i> (2006.01)i; <i>C22C 38/00</i> (2006.01)i; <i>C22C 38/60</i> (2006.01)i; <i>H01F 1/147</i> (2006.01)i FI: C21D8/12 B; H01F1/147 175; C22C38/00 303U; C22C38/60		
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; C21D9/46; C22C38/00-C22C38/60; H01F1/147		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Published examined utility model applications of Japan 1922-1996 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2022 Registered utility model specifications of Japan 1996-2022 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)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2013/145784 A1 (JFE STEEL CORPORATION) 03 October 2013 (2013-10-03) entire text, all drawings	1-9
A	WO 2020/130328 A1 (POSCO) 25 June 2020 (2020-06-25) entire text	1-9
A	JP 2013-512332 A (TATA STEEL IJMUIDEN BV) 11 April 2013 (2013-04-11) entire text, all drawings	1-9
A	JP 2017-110263 A (NIPPON STEEL & SUMITOMO METAL CORP) 22 June 2017 (2017-06-22) entire text	1-9
A	KR 10-2006-0074649 A (POSCO) 03 July 2006 (2006-07-03) entire text, all drawings	1-9
A	US 2013/0174940 A1 (CICALE, Stefano) 11 July 2013 (2013-07-11) 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: "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 06 May 2022		Date of mailing of the international search report 17 May 2022
Name and mailing address of the ISA/JP Japan Patent Office (ISA/JP) 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915 Japan		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2022/008970

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
WO	2013/145784	A1	03 October 2013	US 2015/0332822 A1 entire text, all drawings	
				EP 2832865 A1	
				CN 104220607 A	
				KR 10-2014-0141688 A	
				IN 1830MUN2014 A	
				RU 2580776 C1	
<hr/>					
WO	2020/130328	A1	25 June 2020	US 2022/0042135 A1 entire text	
				JP 2022-514794 A	
				EP 3901311 A1	
				CN 113242911 A	
				KR 10-2020-0076517 A	
<hr/>					
JP	2013-512332	A	11 April 2013	US 2012/0222777 A1 entire text, all drawings	
				WO 2011/063934 A1	
				EP 2470679 A1	
				CA 2781916 A1	
				CN 102686751 A	
				KR 10-2012-0096036 A	
				MX 2012005962 A	
				RU 2012126097 A	
				PL 2470679 T3	
				BR 112012012674 A2	
<hr/>					
JP	2017-110263	A	22 June 2017	(Family: none)	
<hr/>					
KR	10-2006-0074649	A	03 July 2006	(Family: none)	
<hr/>					
US	2013/0174940	A1	11 July 2013	WO 2011/114178 A1 entire text, all drawings	
				WO 2011/114227 A2	
				EP 2547799 A2	
<hr/>					

<p>A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） C21D 8/12(2006.01)i; C22C 38/00(2006.01)i; C22C 38/60(2006.01)i; H01F 1/147(2006.01)i FI: C21D8/12 B; H01F1/147 175; C22C38/00 303U; 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）） C21D8/12; C21D9/46; C22C38/00-C22C38/60; H01F1/147</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> <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>			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>C. 関連すると認められる文献</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>引用文献の カテゴリー*</th> <th>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</th> <th>関連する 請求項の番号</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>A</td> <td>WO 2013/145784 A1 (JFEスチール株式会社) 03.10.2013 (2013 - 10 - 03) 全文, 全図</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>WO 2020/130328 A1 (POSCO) 25.06.2020 (2020 - 06 - 25) 全文</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>JP 2013-512332 A (タタ、スティール、アイモイデン、バスローテン、フェンノート シャップ) 11.04.2013 (2013 - 04 - 11) 全文, 全図</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>JP 2017-110263 A (新日鐵住金株式会社) 22.06.2017 (2017 - 06 - 22) 全文</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>KR 10-2006-0074649 A (POSCO) 03.07.2006 (2006 - 07 - 03) 全文, 全図</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>US 2013/0174940 A1 (CICALE Stefano) 11.07.2013 (2013 - 07 - 11) 全文, 全図</td> <td>1-9</td> </tr> </tbody> </table> <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> <table border="0"> <tr> <td>* 引用文献のカテゴリー</td> <td>"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</td> </tr> <tr> <td>"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</td> <td>"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</td> </tr> <tr> <td>"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</td> <td>"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</td> </tr> <tr> <td>"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）</td> <td>"&" 同一パテントファミリー文献</td> </tr> <tr> <td>"O" 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献</td> <td></td> </tr> <tr> <td>"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</td> <td></td> </tr> </table>			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	WO 2013/145784 A1 (JFEスチール株式会社) 03.10.2013 (2013 - 10 - 03) 全文, 全図	1-9	A	WO 2020/130328 A1 (POSCO) 25.06.2020 (2020 - 06 - 25) 全文	1-9	A	JP 2013-512332 A (タタ、スティール、アイモイデン、バスローテン、フェンノート シャップ) 11.04.2013 (2013 - 04 - 11) 全文, 全図	1-9	A	JP 2017-110263 A (新日鐵住金株式会社) 22.06.2017 (2017 - 06 - 22) 全文	1-9	A	KR 10-2006-0074649 A (POSCO) 03.07.2006 (2006 - 07 - 03) 全文, 全図	1-9	A	US 2013/0174940 A1 (CICALE Stefano) 11.07.2013 (2013 - 07 - 11) 全文, 全図	1-9	* 引用文献のカテゴリー	"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	"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	"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	"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	"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	"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）	"&" 同一パテントファミリー文献	"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	
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	WO 2013/145784 A1 (JFEスチール株式会社) 03.10.2013 (2013 - 10 - 03) 全文, 全図	1-9																																	
A	WO 2020/130328 A1 (POSCO) 25.06.2020 (2020 - 06 - 25) 全文	1-9																																	
A	JP 2013-512332 A (タタ、スティール、アイモイデン、バスローテン、フェンノート シャップ) 11.04.2013 (2013 - 04 - 11) 全文, 全図	1-9																																	
A	JP 2017-110263 A (新日鐵住金株式会社) 22.06.2017 (2017 - 06 - 22) 全文	1-9																																	
A	KR 10-2006-0074649 A (POSCO) 03.07.2006 (2006 - 07 - 03) 全文, 全図	1-9																																	
A	US 2013/0174940 A1 (CICALE Stefano) 11.07.2013 (2013 - 07 - 11) 全文, 全図	1-9																																	
* 引用文献のカテゴリー	"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																																		
"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	"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																																		
"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	"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																																		
"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）	"&" 同一パテントファミリー文献																																		
"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																																			
国際調査を完了した日	06.05.2022	国際調査報告の発送日	17.05.2022																																
名称及びあて先	日本国特許庁 (ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	権限のある職員（特許庁審査官）	鈴木 葉子 4K 3557 電話番号 03-3581-1101 内線 3435																																

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/JP2022/008970

引用文献			公表日	パテントファミリー文献		公表日
WO	2013/145784	A1	03.10.2013	US 2015/0332822	A1	
				全文,全図		
				EP 2832865	A1	
				CN 104220607	A	
				KR 10-2014-0141688	A	
				IN 1830MUN2014	A	
				RU 2580776	C1	

WO	2020/130328	A1	25.06.2020	US 2022/0042135	A1	
				全文		
				JP 2022-514794	A	
				EP 3901311	A1	
				CN 113242911	A	
				KR 10-2020-0076517	A	

JP	2013-512332	A	11.04.2013	US 2012/0222777	A1	
				全文,全図		
				WO 2011/063934	A1	
				EP 2470679	A1	
				CA 2781916	A1	
				CN 102686751	A	
				KR 10-2012-0096036	A	
				MX 2012005962	A	
				RU 2012126097	A	
				PL 2470679	T3	
				BR 112012012674	A2	

JP	2017-110263	A	22.06.2017	(ファミリーなし)		

KR	10-2006-0074649	A	03.07.2006	(ファミリーなし)		

US	2013/0174940	A1	11.07.2013	WO 2011/114178	A1	
				全文,全図		
				WO 2011/114227	A2	
				EP 2547799	A2	
