

(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  
2024年2月29日(29.02.2024)

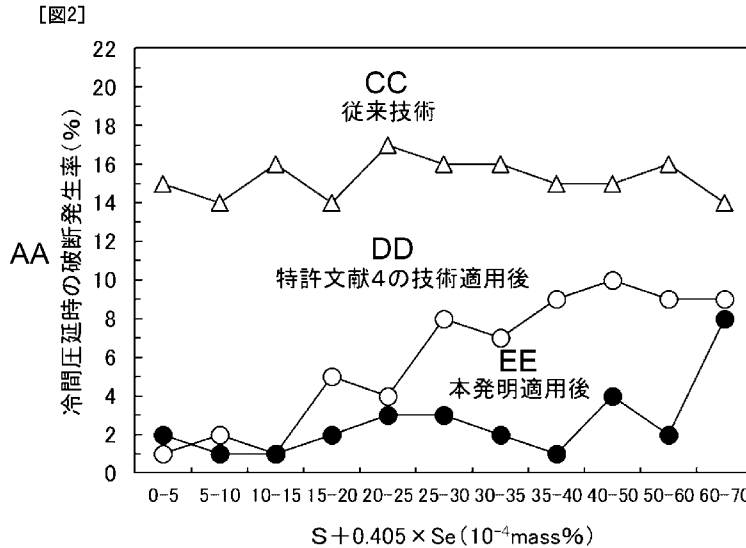


(10) 国際公開番号  
WO 2024/043294 A1

- (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/JP2023/030414
- (22) 国際出願日: 2023年8月24日(24.08.2023)
- (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 2022-133154 2022年8月24日(24.08.2022) 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: 新垣 之啓 (SHINGAKI Yukihiro); 〒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). 下山 祐介(SHIMOYAMA Yusuke); 〒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). 山田 邦(YAMADA Kuni); 〒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).
- (74) 代理人: 弁理士法人銀座マロニエ特許事務所(GINZA MARONIE P.C.); 〒1040061 東京都中央区銀座2丁目8番9号木挽館銀座ビル Tokyo (JP).

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING GRAIN-ORIENTED ELECTROMAGNETIC STEEL SHEET, AND HOT ROLLED SHEET FOR GRAIN-ORIENTED ELECTROMAGNETIC STEEL SHEET

(54) 発明の名称: 方向性電磁鋼板の製造方法および方向性電磁鋼板用の熱延板



AA Rate of occurrence of break during cold rolling (%)  
CC Prior art  
DD After application of art of patent document 4  
EE After application of present invention

(57) Abstract: A method for producing a grain-oriented electromagnetic steel sheet, the method preventing a break during cold rolling when a grain-oriented electromagnetic steel sheet is produced by subjecting a steel slab, which contains, in mass%, 0.03% to 0.08% of C, 2.0% to 5.0% of Si, 0.005% to 1.0% of Mn, less than 0.010% of Al, 0.006% or less of N and 0.0060% or less of O, while containing S and Se within the range where  $(S + 0.405 \times Se)$  is

(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, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, 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, ME, 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))

0.0015% to 0.0060%, to hot rolling, hot rolled sheet annealing, cold rolling, decarburization annealing that doubles as primary recrystallization annealing, and subsequent finish annealing, by performing at least two consecutive passes of rolling within the temperature range of 1050°C to 1150°C during the hot rolling, and setting the inter-pass time between the two passes to 60 s or less, the draft of each pass to 20% or more, and the strain rate to 15 s<sup>-1</sup> or more; and a hot rolled sheet which is used for this production method.

(57) 要約: mass%で、C: 0.03~0.08%、Si: 2.0~5.0%、Mn: 0.005~1.0%、Al: 0.010%未満、N: 0.006%以下およびO: 0.0060%以下、かつ、SとSeを(S+0.405×Se)で0.0015~0.0060%の範囲で含有する鋼スラブを熱間圧延し、熱延板焼鈍し、冷間圧延し、一次再結晶焼鈍を兼ねた脱炭焼鈍した後、仕上焼鈍を施して方向性電磁鋼板を製造する際、上記熱間圧延の少なくとも連続する2パスの圧延を1050~1150°Cの温度域で行うとともに、上記2パスのパス間時間を60s以下、各パスの圧下率を20%以上、歪速度を15s<sup>-1</sup>以上とすることで、冷間圧延時の破断を防止する方向性電磁鋼板の製造方法と、その製造方法に用いる熱延板。

## 明 細 書

発明の名称：

方向性電磁鋼板の製造方法および方向性電磁鋼板用の熱延板

### 技術分野

[0001] 本発明は、冷間圧延性と磁気特性に優れる方向性電磁鋼板の製造方法と、上記製造方法に用いる熱延鋼板に関するものである。なお、本発明においては、上記熱延鋼板を「熱延板」とも称する。

### 背景技術

[0002] 方向性電磁鋼板は、一般に、インヒビターと呼ばれる析出物を使用して、最終工程の仕上焼鈍においてゴス方位（ $\{110\} \langle 001 \rangle$ ）粒を優先的に二次再結晶させる方法で製造されている。上記インヒビターとしては、例えば、特許文献1には、AlNやMnSが、また、特許文献2には、MnSやMnSeが提案されており、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ーを用いる方法は、ゴス方位を有する二次再結晶粒を安定して発達させるのに有用な方法であるが、インヒビターとなる析出物を微細に分散させなければならないため、熱間圧延前にスラブを1300℃以上の高温に加熱することが必要となる。そのため、この方法は、スケールロスが増大して歩留りが低下することの他、熱エネルギーコストや設備コストが嵩んだり、設備のメンテナンスが煩雑になったりする等の問題がある。

[0004] 一方、上記の問題を解決する技術として、インヒビターを使用しない製造方法（インヒビターレス法）も提案されている。例えば、特許文献3には、インヒビター形成成分を含有していない、より高純度化した鋼素材を使用し、テクスチャー（集合組織）制御によって二次再結晶を発現させる技術が提案されている。しかし、インヒビター形成成分を含有していない鋼素材を用いて方向性電磁鋼板を製造する場合、高純度であるが故に粒界強度が低下し、冷間圧延において破断が発生し易いという問題があり、工業的規模での生産を阻害する一因となっていた。

[0005] この問題に対し、特許文献4には、熱間圧延後の再結晶過程を制御することで、二次再結晶のさらなる安定化と冷間圧延時の破断抑制とを両立させる技術が提案されている。

### 先行技術文献

### 特許文献

- [0006] 特許文献1：特公昭40-015644号公報  
特許文献2：特公昭51-013469号公報  
特許文献3：特開2000-129356号公報  
特許文献4：特開2003-226916号公報

### 発明の概要

### 発明が解決しようとする課題

[0007] 上記特許文献4に開示された技術は、熱間圧延および熱延板焼鈍時の熱履歴を特定の条件に制御し、熱延板焼鈍後の結晶組織をより均一なものとすることによって、二次再結晶の安定化と冷間圧延での破断を抑制している。しかしながら、インヒビター形成成分を含有していない方向性電磁鋼板用の熱延板は、本質的に冷間圧延で破断を起こし易いため、上記技術のみでは冷間圧延時の破断を完全に防止するには至っていない。

[0008] 本発明は、従来技術が抱える上記の問題点に鑑みてなされたものであり、その目的は、インヒビター形成成分を含有していない鋼素材を用いた場合でも、冷間圧延時に破断を起こすことなく磁気特性に優れた方向性電磁鋼板を安定して製造する方法を提案するとともに、その製造方法に用いる熱延板を提供することにある。

### 課題を解決するための手段

[0009] 発明者らは、上記課題の解決に向け、インヒビター形成成分を含有していない熱延板が冷間圧延で破断を起こし易い原因に着目して鋭意検討を重ねた。その結果、冷間圧延で破断を起こす原因は、高純度化による粒界強度の低下に加えて、鋼板の板厚中心部（偏析部）に存在する硫化物やセレン化物が

大きく関与していること、上記硫化物やセレン化物に起因した冷間圧延時の破断を防止するためには、熱間圧延のパススケジュールや熱延板焼鈍条件を適正化し、熱延板焼鈍後の結晶組織の均一性をさらに改善する必要があることを見出し、本発明を開発するに至った。

[0010] 上記知見に基づく本発明は、C：0.03～0.08mass%、Si：2.0～5.0mass%、Mn：0.005～1.0mass%、Al：0.010mass%未満、N：0.006mass%以下およびO：0.0060mass%以下を含有し、かつ、SとSeを $(S + 0.405 \times Se)$ で0.0015～0.0060mass%の範囲で含有し、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、少なくとも連続する2パスの圧延を1050～1150℃の温度域で行うとともに、上記2パスのパス間時間を60s以下、各パスの圧下率を20%以上、歪速度を $15\text{ s}^{-1}$ 以上とすることを含む熱間圧延をして熱延板とし、該熱延板に熱延板焼鈍を施した後、1回の冷間圧延または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延をして冷延板とし、該冷延板に一次再結晶焼鈍を兼ねた脱炭焼鈍を施した後、仕上焼鈍を施す方向性電磁鋼板の製造方法を提案する。

[0011] 本発明の上記方向性電磁鋼板の製造方法における上記熱間圧延は、少なくとも1パスを850～950℃の温度域で行い、上記熱間圧延後の熱延板焼鈍は、850℃以上の温度で行うとともに、上記熱間圧延後の冷却過程の750℃から650℃までの冷却時間と上記熱延板焼鈍の加熱過程の600℃から700℃までの加熱時間の和を20s以下とすることを特徴とする。

[0012] また、本発明の上記方向性電磁鋼板の製造方法は、上記850～950℃の温度域での少なくとも1パスの圧延後、鋼板をそのままの状態で1.0s以上保持することを特徴とする。

[0013] また、本発明の上記方向性電磁鋼板の製造方法における上記鋼スラブは、上記成分組成に加えてさらに、下記のA～C群から選ばれる少なくとも1群の成分を含有することを特徴とする。

記

・ A群 ; Ni : 1.50 mass%以下

・ B群 ; Sn : 0.50 mass%以下、Sb : 0.50 mass%以下、Cu : 0.50 mass%以下、Mo : 0.50 mass%以下、Co : 0.0100 mass%以下、P : 0.50 mass%以下、Cr : 1.50 mass%以下、B : 0.0200 mass%以下およびBi : 0.0200 mass%以下から選ばれる少なくとも1種

・ C群 ; Nb : 0.0200 mass%以下、Ti : 0.0200 mass%以下、Te : 0.0200 mass%以下、Ga : 0.0100 mass%以下およびZn : 0.500 mass%以下から選ばれる少なくとも1種

[0014] また、本発明は、C : 0.03~0.08 mass%、Si : 2.0~5.0 mass%、Mn : 0.005~1.0 mass%、Al : 0.010 mass%未満、N : 0.006 mass%以下およびO : 0.0060 mass%以下を含有し、かつ、SとSeを  $(S + 0.405 \times Se)$  で0.0015~0.0060 mass%の範囲で含有し、残部がFeおよび不可避的不純物からなる成分組成を有し、圧延方向に沿った板厚断面の板厚中心部を含む板厚1/5幅の領域50mm<sup>2</sup>内に存在する長径が4μm以上の硫化物、セレン化物およびそれらの化合物が複合した析出物の個数密度が0.30個/mm<sup>2</sup>以下である方向性電磁鋼板用の熱延板である。

[0015] 本発明の上記熱延板は、上記成分組成に加えてさらに、下記のA~C群から選ばれる少なくとも1群の成分を含有することを特徴とする。

#### 記

・ A群 ; Ni : 1.50 mass%以下

・ B群 ; Sn : 0.50 mass%以下、Sb : 0.50 mass%以下、Cu : 0.50 mass%以下、Mo : 0.50 mass%以下、Co : 0.0100 mass%以下、P : 0.50 mass%以下、Cr : 1.50 mass%以下、B : 0.0200 mass%以下およびBi : 0.0200 mass%以下から選ばれる少なくとも1種

・ C群 ; Nb : 0.0200 mass %以下、 Ti : 0.0200 mass %以下、 Te : 0.0200 mass %以下、 Ga : 0.0100 mass %以下および Zn : 0.500 mass %以下から選ばれる少なくとも1種

### 発明の効果

[0016] 本発明によれば、インヒビター形成成分を含有していない熱延板の冷間圧延性を改善することができるので、良好な磁気特性を有する方向性電磁鋼板を、冷間圧延で破断を起こすことなく安定して製造することが可能となる。

### 図面の簡単な説明

[0017] [図1]特許文献4の技術を適用したときの冷間圧延における破断発生率を、従来技術の破断発生率と比較したグラフである。

[図2]本発明の技術を適用したときの冷間圧延における破断発生率を、従来技術と特許文献4の技術を適用したときの破断発生率と比較したグラフである。

### 発明を実施するための形態

[0018] まず、本発明を開発する契機となった調査について説明する。

発明者らは、特許文献4の技術を適用してもなお、冷間圧延時に破断を起こしたコイルについて詳細な調査を行った。その結果、鋼板が破断を起こした部分には、鋼板が表裏に分離して2枚板状になっている部分が認められた。

[0019] この分離面をEPMAで元素マッピング分析を行ったところ、該分離面には複数の硫化物やセレン化物からなる析出物が確認された。そこで、さらに冷間圧延時の破断発生率と、SとSeの原子数の和を表すパラメータである $(S + 0.405 \times Se)$ との関係を調査した。その結果、図1に示したように、SとSeの含有量が $(S + 0.405 \times Se)$ で0.0015 mass %を超えると破断発生率が高まる傾向があり、0.0025 mass %以上でより顕著となることがわかった。このような傾向は、従来、まったく知られていなかったことで、本発明において新規に見出した事項である。

[0020] これらの調査結果から、以下の破断メカニズムが推定された。

従来のインヒビターを用いない方向性電磁鋼板の製造方法、例えば、特許文献4に記載の製造方法では、SおよびSeをそれぞれ0.0050mass%以下に低減して高純度化した鋼素材を用い、熱延板の集合組織を適正に制御することによって二次再結晶を発現させている。そのため、SやSeは、基本的には低ければ低いほど二次再結晶は安定して発現すると考えられており、特許文献4においても、SとSeの含有量をそれぞれ0~0.0020mass%程度まで低減している。

[0021] Sは、一般には、製鋼の精錬工程で、還元処理によってスラグ中に取り込まれて除去されるが、Cを始めとする多くの元素は酸化処理によって除去されるため、一度、除去されたSが酸化処理時にスラグから鋼中に戻る、いわゆる「復硫」を起こすことがある。そのため、Sを安定的に低減するには、多量の副原料の添加が必要となり、製造コストが高まる一因となっている。一方、Seは、Sとは異なり、原料からではなく、コスト低減のために用いるスクラップから持ち込まれることが多いが、除去に関しては、Sと同様の困難性を有している。そのため、方向性電磁鋼板の製造には、二次再結晶に問題のない範囲内でSやSeを含有した鋼素材が用いられている。

[0022] インヒビターを用いた方向性電磁鋼板の製造方法では、鋼素材（スラブ）中に含まれるインヒビター形成成分を鋼中に完全に固溶させる必要があるため、熱間圧延に先立って、スラブを1350~1450℃の高温に加熱している。しかし、インヒビターを用いない場合は、上記のようなインヒビター形成成分の完全固溶は不要となるため、スラブ加熱温度は、熱間圧延に悪影響がない1250℃程度以下の比較的低い温度が採用されている。

[0023] また、SやSeは、偏析を起こし易い元素としても知られており、例えば、スラブを連続鋳造法で製造する場合、スラブが最終凝固するスラブの厚さ中心部に偏析して高濃度化し、さらには、硫化物やセレン化物等の析出物を形成する。上記中心偏析や析出物は、熱間圧延に先立つスラブ加熱によって溶解・拡散して低減される。しかし、SやSeの含有量が多い場合や、スラ

ブ加熱温度が低い場合には、スラブの厚さ中心部に、硫化物やセレン化物が析出物としてそのまま残留する可能性がある。

[0024] 冷間圧延で破断を生じた部分には、板厚中心部に二枚板状に剥離したような部分が認められており、その剥離面には硫化物やセレン化物の析出物が観察されている。これから、板厚中心部に残留した硫化物やセレン化物が剥離の起点となり、破断を引き起こしたものと考えられる。

[0025] したがって、冷間圧延での破断を防止するためには、熱間圧延前にインヒビター形成成分が完全に固溶するようにスラブ加熱を行えばよい。しかし、インヒビターを用いない鋼素材を用いる方向性電磁鋼板の製造方法のメリットは、スラブの加熱温度を低温化することで製造コストを低減できることにあり、スラブを高温加熱するのでは斯かるメリットを享受することができない。また、高温スラブ加熱を行うのであれば、従来のインヒビターを用いる方法を適用すればよいことになる。

[0026] そこで、発明者らは、中心偏析によってスラブの厚さ中心部近傍に析出物として存在する硫化物やセレン化物を、スラブの高温加熱で完全固溶させる方法ではなく、熱間圧延中に析出物を破壊して無害化する方法について検討した。その結果、熱間圧延の特定の温度域で適正な条件で少なくとも連続する2パスの高圧下・高歪速度の圧延を行うことで、これが達成可能であることを見出した。

[0027] また、一般に、硫化物やセレン化物と地鉄との界面はき裂の起点となることが知られているが、上記硫化物やセレン化物の析出物がすべて冷間圧延に悪影響を及ぼすのではなく、大きな析出物、具体的には、熱間圧延によって圧延方向に延伸した長径が4  $\mu\text{m}$ 以上の析出物が特に破断に悪影響を及ぼすことを見出した。これは、析出物と地鉄とで変形能が異なるため、圧延時に鋼が延伸する際、大きな界面に剪断力が発生して破壊が生じるためと考えている。そして、冷間圧延での破断を防止するためには、圧延方向に沿った板厚断面の中心部を含む板厚1 / 5幅の領域50  $\text{mm}^2$ 内に存在する長径が4  $\mu\text{m}$ 以上の硫化物やセレン化物等の析出物の個数密度を0.30個/ $\text{mm}^2$ 以下

に低減する必要があることも見出した。

本発明は、上記の知見にさらに改良を加えて完成したものである。

[0028] 次に、本発明の方向性電磁鋼板の製造方法に用いる鋼素材が有すべき成分組成について説明する。

C : 0.03 ~ 0.08 mass %

本発明は、スラブの中心部に存在する大きな硫化物やセレン化物の析出物を、特定の温度域（1050 ~ 1150℃）で適正な条件で少なくとも連続する2パスの熱間圧延を施すことで、冷間圧延時に破断を起こすことがない、長径が4 μm未満の大きさに破壊することを特徴としている。通常、Si含有鋼の熱間圧延は、ほぼフェライト単層となる温度域で行っているが、上記温度域は、少量ではあるがオーステナイトが形成される温度域と一致しており、後述する理由により、硫化物やセレン化物の析出物が、分断、破壊され易くなる。そこで、上記2相域での熱間圧延を可能とするため、Cを0.03 mass %以上含有させる。一方、Cが0.08 mass %を超えると、脱炭焼鈍を施しても磁気時効の起こらない0.0050 mass %以下に低減することが難しくなる。よって、Cは0.03 ~ 0.08 mass %の範囲とする。好ましくは0.03 ~ 0.06 mass %の範囲である。

[0029] Si : 2.0 ~ 5.0 mass %

Siは、鋼の固有抵抗を高めて鉄損を低減するのに有効な元素であり、この効果を十分に得るためには、少なくとも2.0 mass %を含有させる必要がある。一方、5.0 mass %を超えると、鋼が脆化し、冷間圧延性が著しく劣化したり、製造設備への通板時に破断を起こしたりするリスクが高まるので、上限は5.0 mass %とする。好ましくは、2.8 ~ 4.5 mass %の範囲である。

[0030] Mn : 0.005 ~ 1.0 mass %

Mnは、熱間加工性を向上させる効果があり、また、一次再結晶時に形成される酸化被膜を制御する観点からも有用な元素であるので、0.005 mass %以上含有させる。一方、1.0 mass %を超えると、一次再結晶

集合組織が悪化し、磁気特性の劣化を招くので、上限は1.0mass%とする。好ましくは0.01~0.5mass%の範囲である。

[0031] Al : 0.010mass%未満、N : 0.006mass%以下

本発明は、インヒビター形成成分を含有していない鋼素材を用いて方向性電磁鋼板を製造する技術である。したがって、Alは0.010mass%未満、Nは0.006mass%以下に制限する。AlおよびNが上記値を超えると、組織制御しても良好な二次再結晶組織を得ることが難しくなる。また、Nは、仕上焼鈍の純化焼鈍時にSi窒化物が生成して磁気特性が劣化するのを防止する観点からも0.006mass%以下とする必要がある。好ましくは、Al : 0.008mass%以下、N : 0.0050mass%以下である。

[0032] O : 0.0060mass%以下

Oは、酸化物を形成し、最終製品板の磁気特性を劣化させるので0.0060mass%以下に制限する。好ましくは、0.0030mass%以下である。

[0033] S + 0.405 × Se : 0.0015 ~ 0.0060mass%

SおよびSeは、硫化物やセレン化物を形成して冷間圧延時に破断を引き起こしたり、インヒビターを形成して磁気特性を劣化したりする本発明においては有害元素であるため、基本的には低いほど望ましい。特に、インヒビターを用いずに二次再結晶を安定的に発現させるためには、SとSeは(S + 0.405 × Se)で0.0060mass%以下に低減する必要がある。しかし、SおよびSeの過度な低減は、磁気特性や冷延での破断に対して悪影響はないが、製造コストの上昇を招くため、(S + 0.405 × Se)の下限は、0.0015mass%程度とする。好ましくは、0.0020 ~ 0.0050mass%の範囲である。

[0034] 本発明の方向性電磁鋼板の製造方法に用いる鋼素材は、上成分以外の残部は、基本的にFeおよび不可避免的不純物である。ただし、必要に応じて以下の成分から選ばれる少なくとも1種の成分を含有してもよい。

[0035] Ni : 1.50 mass %以下

Niは、熱延板の鋼板組織を改善して磁気特性を向上させるのに有用な元素であり、この効果を得るためには0.005 mass %以上添加するのが好ましい。一方、Niの過剰な添加は二次再結晶が不安定化し、磁気特性が却って劣化するようになるので、上限は1.50 mass %とするのが好ましい。より好ましくは0.01~1.00 mass %の範囲である。

[0036] Sn : 0.50 mass %以下、Sb : 0.50 mass %以下、Cu : 0.50 mass %以下、Mo : 0.50 mass %以下、Co : 0.0100 mass %以下、P : 0.50 mass %以下、Cr : 1.50 mass %以下、B : 0.0200 mass %以下およびBi : 0.0200 mass %以下から選ばれる少なくとも1種

Sn、Sb、Cu、Mo、Co、P、Cr、BおよびBiは、粒界偏析型の元素であり、磁気特性を向上する効果がある。しかし、上記範囲の上限値を超えると、二次再結晶粒の発達に却って阻害されるようになる。よって、添加する場合は、上記上限値以下とするのが好ましい。なお、上記添加効果を確実に得るためには、Sn : 0.01 mass %以上、Sb : 0.005 mass %以上、Cu : 0.01 mass %以上、Mo : 0.01 mass %以上、Co : 0.0001 mass %以上、P : 0.0050 mass %以上、Cr : 0.01 mass %以上、B : 0.0005 mass %以上およびBi : 0.0005 mass %以上添加するのが好ましい。

[0037] Nb : 0.0200 mass %以下、Ti : 0.0200 mass %以下、Te : 0.0200 mass %以下、Ga : 0.0100 mass %以下およびZn : 0.500 mass %以下から選ばれる少なくとも1種

Nb、Ti、Te、GaおよびZnは、炭窒化物の析出物を形成する元素であり、インヒビターを用いない製造法においては必ずしも必要ではないが、比較的低温のスラブ加熱でも固溶可能な範囲内であれば、極微量の添加で磁気特性を改善する効果がある。しかし、上記の上限値を超える添加は、二次再結晶を不安定にする。また、上記範囲内であっても、スラブ加熱温度や

製造条件によっては、二次再結晶を不安定にする場合もあるので、使用にあたっては注意を要する。なお、上記添加効果を確実に得るためには、Nb : 0.0005 mass%以上、Ti : 0.0005 mass%以上、Te : 0.0005 mass%以上、Ga : 0.0001 mass%以上およびZn : 0.0001 mass%以上添加するのが好ましい。

[0038] 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。

本発明の方向性電磁鋼板の製造に用いる鋼素材（スラブ）は、上記した本発明に適合する成分組成に調整した鋼を、転炉や電気炉などを用い、必要があればさらに真空脱ガス処理などを施す公知の精錬方法で溶製した後、通常公知の連続鋳造法で製造する。なお、直接鋳造法を用いて100mm以下の厚さの薄鋳片を製造してもよい。

[0039] 次いで、上記スラブは、所定の温度に加熱してから熱間圧延に供するが、連続鋳造後、加熱せずに直ちに熱間圧延に供してもよい。ここで、上記熱間圧延前のスラブ加熱温度は1250℃以下とするのが好ましい。インヒビター形成成分を含有していない本発明の成分系では、インヒビター形成成分を固溶させる必要がないためである。ただし、スラブ加熱温度が低過ぎると、熱間圧延の負荷が増大し、製造安定性を阻害する虞がある。また、後述するように、本発明では1050℃以上での熱間圧延を少なくとも連続する2パスで実施することを必須としているため、加熱温度は1100℃以上とするのが好ましい。

[0040] 上記の比較的低い温度に加熱したスラブは、次いで、粗圧延と仕上圧延からなる熱間圧延を行って熱延鋼板（熱延板）とする。しかし、上記のような低いスラブ加熱温度では、スラブ製造時にスラブの厚さ中心部に偏析して析出した硫化物やセレン化物の析出物、あるいは、それらの化合物が複合した析出物が完全に固溶せずに残留し、冷間圧延性を劣化させる可能性がある。

[0041] そこで、本発明は、上記した冷間圧延に有害な大きな硫化物やセレン化物の析出物を破壊して小さくし、無害化するため、上記熱間圧延では、少なくとも連続する2パスの圧延を1050～1150℃間の温度域で行うとともに

に、上記2パスのパス間時間を60 s以下、上記2パスにおける各パスの圧下率を20%以上、歪速度を $15 \text{ s}^{-1}$ 以上とすることを必要とする。

[0042] 前述したように、0.03~0.08 mass%のCを含有する鋼では、1050~1150℃の温度域は、フェライト中にオーステナイトが形成される温度域である。オーステナイトは、フェライトと比較して変形抵抗が高く、圧下されても変形し難い。そのため、オーステナイトが存在すると、その周囲のフェライトは不均一な変形を余儀なくされる。したがって、この温度域での圧延は、フェライト中に析出した硫化物やセレン化物等の析出物の破壊に大きく寄与する。また、上記破壊効果は、加える歪量が多いほど大きくなるので、本発明では上記温度域での圧延の圧下率を20%以上とする。好ましくは25%以上である。

[0043] しかし、1パスの圧下率を高めるだけでは十分な効果が得られない。この理由は、1パスを上記条件で圧延して転位を導入しても、上記温度域は高温であるため、組織が回復して転位密度がすぐに低下してしまうからである。そこで、上記温度域において少なくとも連続する2パスの高圧下圧延を行うとともに、上記2パスのパス間時間を60 s以下、かつ、各パスの歪速度を $15 \text{ s}^{-1}$ 以上とすることで、転位密度をより高め、不均一変形をより促進することで、フェライト中に析出した大きな硫化物やセレン化物を破壊することが可能となる。好ましい各パスの歪速度は $18 \text{ s}^{-1}$ 以上、パス間時間は50 s以下である。

[0044] ここで、上記歪速度は、下記のEkelundの式を用いて算出した値である。

$$\dot{\epsilon} \doteq \frac{v_R}{\sqrt{R' h_1}} \frac{2}{2-r} \cdot \sqrt{r}$$

$v_R$  : ロール周速度 (mm/s)、 $R'$  : ロール半径 (mm)、 $h_1$  : ロール入側板厚 (mm)、 $r$  : 圧下率 (%)

[0045] 上記の熱間圧延条件を採用することで、熱延鋼板の板厚中心部の近傍に存

在する大きな硫化物やセレン化物の析出物あるいはそれらの複合析出物を破壊することが可能となる。その結果、板厚断面中心部に存在する、冷間圧延に有害な長径が4  $\mu\text{m}$ 以上の析出物の個数密度を0.30個/ $\text{mm}^2$ 以下に低減することができる。より好ましい析出物の個数密度は0.1個/ $\text{mm}^2$ 以下である。

[0046] なお、上記硫化物やセレン化物等の析出物の個数密度は、熱延板の板幅中央部から試験片を採取し、その試験片の圧延方向に沿った板厚断面の板厚中心から上下に板厚の1/10の領域、すなわち、板厚中心部を含む板厚1/5幅の領域を50  $\text{mm}^2$ 以上に亘って走査型電子顕微鏡SEMで観察し、硫化物、セレン化物やそれら化合物が複合した析出物のうち、長径が4  $\mu\text{m}$ 以上であるものの個数をカウントすることで測定する。

[0047] さらに、熱間圧延では、特許文献4に開示されているように、一次再結晶組織の粒径分布を均一化するため、少なくとも1パスの圧延を850°C以上950°C以下の温度域で行うことが好ましい。粒径分布が均一な組織とする理由について説明する。結晶粒径は、大きいものほど粒成長し易い特徴がある。しかし、一次再結晶組織は、ゴス方位粒と周囲の結晶粒との粒界エネルギーが高く、ゴス方位粒以外の結晶粒の粒界エネルギーが低い状態にあるため、均等な粒径とすることで、よりエネルギーの差による粒成長の優位性を際立たせ、ゴス方位粒を選択的に成長させることができるからである。しかし、上記圧延温度が950°Cを超えると、回復により加工歪が十分に蓄積されないため良好な再結晶が生じなくなる。一方、850°C未満では、温度が低すぎて圧延直後の再結晶がほとんど生じなくなる。

[0048] また、さらなる磁気特性の向上を図る観点から、上記850°C以上950°C以下の温度域でのパス後は、1.0 s以上、鋼板に加工を加えずにそのまま保持することが好ましい。上記パス後に1.0 s以上保持するパスは、850~950°C間の温度域で圧延を行うことができ、かつ、パス後、1.0 s以上加工を加えずに保持することができれば、熱間圧延のいずれのパスであってもよい。例えば、圧延速度が遅く、次のパスまでの時間が長い仕上圧

延の1パス目や、圧延後、冷却開始までの時間を自由に設定できる仕上圧延の最終パス等が好適である。

[0049] 上記熱間圧延した鋼板は、冷却してコイルに巻き取った後、熱延板焼鈍を施す。この際、熱延板に完全な再結晶を生じさせるためには、熱間圧延後の冷却過程の750℃から650℃までの冷却時間と、熱延板焼鈍の最高到達温度（850℃以上）に到る加熱過程の600℃から700℃までの加熱時間との和を20s以下に制限することが重要である。

[0050] その理由は、多量にインヒビター形成成分を含む成分系では、熱間圧延後、高温に保持することによる回復、すなわち、加工歪の散逸は無視できるレベルである。しかし、本発明のようにインヒビター形成成分を低減した鋼では、上記の温度域に熱延板を長時間滞留させると、回復が急激に生じて加工歪が散逸し、熱延板焼鈍での再結晶に必要な歪量を十分に確保できなくなるからである。なお、上記のように冷却時と加熱時の時間を管理する温度域が異なる理由は、熱間圧延後の冷却過程と、熱延板焼鈍の加熱過程では、加工歪が解放される温度域が微妙に異なるためである。

[0051] さらに、熱延板焼鈍の最高到達温度は、再結晶を促進し、ゴス組織を製品板において高度に発達させる観点から、850℃以上とするのが好ましい。熱延板焼鈍温度が850℃未満であると、熱間圧延で形成されたバンド組織が残留するため、整粒の一次再結晶組織を得ることが難しくなり、二次再結晶の発達が阻害される虞がある。

[0052] 一方、熱延板焼鈍温度の上限は1130℃程度とするのが好ましい。1130℃を超えると、鋼中に不可避免的に混入したインヒビター形成成分が固溶し、冷却時に不均一に再析出するため、やはり整粒の一次再結晶組織を得ることが難しくなり、二次再結晶の発達が阻害される虞がある。また、焼鈍温度が1130℃を超えると、焼鈍後の粒径が粗大化し過ぎて、この点でも整粒の一次再結晶組織を得る上で不利になる。

[0053] 上記熱延板焼鈍後の鋼板は、1回の冷間圧延または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延をして最終板厚（製品板厚）の冷延板とする。なお、最終板厚

とする冷間圧延（最終冷間圧延）は、ゴス組織を発達させる観点から、圧延時の鋼板温度を80～150℃に高めて圧延を行う温間圧延を採用したり、パス間で鋼板温度を100～300℃に高めて時効処理するパス間時効を1回または複数回施したりすることが望ましい。

[0054] 最終板厚とした冷延板は、その後、一次再結晶焼鈍を兼ねた脱炭焼鈍を施す。この焼鈍の目的は、圧延組織を有する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組織とすること、ならびに、鋼中のCを磁気時効が起こらない0.0050mass%以下、好ましくは0.0030mass%以下に低減するとともに、鋼板表層に、フォルステライト被膜形成に必要な酸化被膜層（サブスケール）を形成することにある。このため、上記脱炭焼鈍における雰囲気は、湿水素窒素あるいは湿水素アルゴン等のH<sub>2</sub>含有の酸化性雰囲気とし、均熱温度を750～900℃の範囲として行うのが好ましい。また、上記均熱温度に加熱する際、550～680℃間の昇温速度を100℃/sとすることで、一次再結晶組織の集合組織をさらに改善することができる。より好ましくは200℃/s以上である。また、脱炭焼鈍後、Si量を高める浸珪処理を施してもよい。

[0055] 上記脱炭焼鈍後の鋼板は、その後、鋼板表面に焼鈍分離剤を塗布した後、仕上焼鈍を施して二次再結晶させ、ゴス方位（{110}〈001〉）粒を発達させる。上記焼鈍分離剤としては、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を用いて、仕上焼鈍において鋼板表面にフォルステライト被膜を形成させてもよい。この際、焼鈍分離剤中にTi酸化物やSr化合物等の助剤を適量添加することで、フォルステライト被膜の形成をさらに促進することができる。特に、フォルステライト被膜の形成を均一化する上記助剤の添加は、被膜の耐剥離性の向上にも有利に働く。また、MgOを主成分とする焼鈍分離剤に代えて、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>などを主成分とする焼鈍分離剤を用いて被膜形成を抑止しても構わない。

[0056] 上記の仕上焼鈍は、二次再結晶を発現させるためには800℃以上の温度に加熱するのが好ましい。800℃までの加熱速度は、磁気特性に大きな影

響を与えないので特に制限はない。仕上焼鈍の雰囲気は、 $N_2$ 、 $Ar$ 、 $H_2$ あるいはこれらの混合ガスのいずれでもよい。なお、二次再結晶をより促進するためには、二次再結晶が起こる $800\sim 1000^\circ C$ の温度近傍で $20\sim 80$  hr等温に保持することが好ましい。ただし、上記温度範囲を昇温速度 $10^\circ C/hr$ 以下で徐加熱しても同様の効果が得られるので、必ずしも等温で保持する必要はない。また、最終製品に微量の不純物が残留していると、析出して磁気特性の劣化につながるため、二次再結晶を完了させた後、 $1100^\circ C$ 以上の温度に加熱して水素雰囲気中で純化处理を施すことが好ましい。また、この加熱により、フォスフェイト被膜が形成される。

[0057] 上記仕上焼鈍後の鋼板は、その後、未反応の焼鈍分離剤を除去した後、鋼板の形状を整えるための平坦化焼鈍を施してもよい。また、この平坦化焼鈍において、または、平坦化焼鈍の前または後において、鋼板表面に絶縁被膜を塗布・焼付けてもよい。上記絶縁被膜の種類は、従来公知の絶縁被膜を用いることができる。たとえば、特開昭48-39338号公報や特開昭50-79442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た後、 $800^\circ C$ 程度の温度で焼き付ける張力付与型の絶縁被膜が好適である。

### 実施例 1

[0058]  $C: 0.03\sim 0.05$  mass%、 $Si: 3.3\sim 3.4$  mass%、 $Mn: 0.07$  mass%、 $Al: 0.005\sim 0.008$  mass%、 $N: 0.006$  mass%以下、 $O: 0.0060$  mass%以下および $S$ と $Se$ を $(S+0.405\times Se)$ で $0.0060$  mass%以下含有し、残部が $Fe$ および不可避的不純物からなる成分組成を有する、インヒビター形成成分を含有していない鋼スラブを素材に用いて方向性電磁鋼板を工程的に製造する実験を行った。具体的には、上記成分組成を有する鋼スラブを $1220^\circ C$ の温度に加熱した後、4パスの粗圧延と、連続した複数パスの仕上圧延からなる熱間圧延をして板厚が $2.2$  mmの熱延板とした。この際、粗圧延の2パス目は $1100^\circ C$ の温度で圧下率35%、歪速度 $30\text{ s}^{-1}$ 、3パス

目は1080℃の温度で圧下率35%、歪速度30 s<sup>-1</sup>とし、2パスと3パスのパス間時間は50 sとした。また、仕上圧延は、880~950℃の温度域で行い、最終パスの圧延終了温度は880℃とした。また、熱間圧延後の750℃から650℃までの冷却時間は7 sとし、コイル巻取温度は570℃とした。次いで、上記熱延板に、連続焼鈍炉で、最高到達温度を1020℃とする熱延板焼鈍を施した。この際、加熱過程の600℃から700℃までの加熱時間は11 sに制御した。

[0059] 次いで、上記熱延板焼鈍後の鋼板を冷間圧延し、最終板厚が0.260 mmの冷延板とした。この際、冷間圧延時に破断を起こしたコイル数をカウントした。なお、同一コイル内で複数回破断した場合や、コイル先後端部の非定常部で破断した場合も、1コイルの破断としてカウントした。

[0060] 図2は、上記冷間圧延での破断発生率を $(S + 0.405 \times S_e)$ で整理し、その結果を先述した図1に併記したグラフである。この図から、本発明の熱間圧延方法および熱延板焼鈍条件を適用することで、鋼板中に含まれるSおよびS<sub>e</sub>の含有量が $(S + 0.405 \times S_e)$ で0.0015 mass %以上の領域での冷間圧延における破断発生率が低減していること、特に $(S + 0.405 \times S_e)$ が0.0025 mass %以上で、その低減効果が顕著であることがわかる。

[0061] 次いで、上記冷間圧延後の鋼板に、加熱過程の550~680℃間の昇温速度を250℃/s、均熱温度を800℃、均熱時間を30 sとする一次再結晶焼鈍を兼ねた脱炭焼鈍を施して鋼板中のCを0.0050 mass %以下に低減した。次いで、MgO : 95 mass %、TiO<sub>2</sub> : 5 mass %からなる焼鈍分離剤を水スラリーにして鋼板表面に塗布し、乾燥した後、二次再結晶を起こさせる仕上焼鈍を施した。次いで、上記仕上焼鈍後の鋼板から未反応の焼鈍分離剤を除去した後、リン酸塩-クロム酸塩-コロイダルシリカを質量比3 : 1 : 3で含有する塗布液を鋼板表面に塗布し、800℃で焼き付けて張力付与型の絶縁被膜を被成した。

[0062] 斯くして得た製品板について、コイルの長さ方向中央部かつ板幅方向中央

部から試験片を採取し、磁気特性を測定した。その結果、本発明を適用する前と比較し、同等以上の良好な磁気特性を有していることが確認された。

## 実施例 2

- [0063] C : 0.04 mass %、Si : 3.3 mass % および Mn : 0.05 mass % を含有し、その他成分として、表 1 に示す種々の成分を含有し、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 1200°C の温度に加熱した後、5 パスの粗圧延と連続した複数パスの仕上圧延からなる熱間圧延をして板厚 2.0 mm の熱延板とし、500°C でコイルに巻き取った。この際、粗圧延の 4、5 パスの圧下率および歪速度は同一とし、仕上圧延 1 パス目は 850~950°C 間で行うとともに、粗圧延 4 パス目と 5 パス目の圧下率と歪速度およびパス間時間、仕上圧延 1 パス目と 2 パス目間のパス間時間、仕上圧延終了温度および仕上圧延後の 750°C から 650°C 間の冷却時間を、表 2 に示したように種々に変化させた。
- [0064] 上記のようにして得た熱延板の長さ方向中央部かつ板幅方向中央部から試験片を採取し、圧延方向に平行な板厚断面の組織を SEM で観察し、圧延方向に沿った板厚断面の板厚中央部を含む板厚 1 / 5 幅の領域 50 mm<sup>2</sup> 内に存在する長径が 4 μm 以上の硫化物やセレン化物の析出物およびそれらの化合物が複合した析出物の個数密度を測定した。
- [0065] 次いで、上記熱延板に最高到達温度が 1000°C の熱延板焼鈍を施した。この際、加熱過程の 600°C から 700°C までの加熱時間を表 2 に示したように変化させた。次いで、上記熱延板焼鈍後の鋼板を、リバース式圧延機を用いて、100°C の温度で 1.7 mm に 1 次冷間圧延し、900°C × 1 min の中間焼鈍を施した後、再び、リバース式圧延機を用いて 2 次冷間圧延して最終板厚 0.22 mm の冷延板とした。この際、1 次冷間圧延および 2 次冷間圧延合計の破断発生率を実施例 1 と同様にしてカウントした。なお、上記 2 次冷間圧延では、複数のパス間において、200°C で巻き取ったコイルを 0.5 hr 以上保持して時効処理するパス間時効を少なくとも 1 回施した。その後、加熱過程の 550°C ~ 680°C 間の昇温速度を 300°C / s、均

熱温度を840℃、均熱時間を60sとする、一次再結晶焼鈍を兼ねた脱炭焼鈍を施して鋼中のCを0.0050mass%以下に低減した。次いで、MgO：95mass%、TiO<sub>2</sub>：5mass%からなる焼鈍分離剤を水スラリーにして鋼板表面に塗布し、乾燥した後、二次再結晶を起こさせる仕上焼鈍を施した。次いで、上記仕上焼鈍後の鋼板から未反応の焼鈍分離剤を除去した後、リン酸塩－クロム酸塩－コロイダルシリカを質量比3：1：3で含有する塗布液を鋼板表面に塗布し、800℃で焼き付けて張力付与型の絶縁被膜を被成した。

[0066] 斯くして得た製品板について、コイルの長さ方向中央部かつ板幅方向中央部から試験片を採取し、磁気特性（磁束密度B<sub>8</sub>）を測定し、その結果を表2中に併記した。この結果から、本発明に適合する条件で製造した鋼板は、冷間圧延での破断発生率が低減しているだけでなく、磁気特性にも優れていることがわかる。

[0067]

[表1]

No.	化学成分 (mass%)											備考
	C	Si	Mn	Al	N	O	S	Se	S+0.405Se	その他		
1	0.03	3.2	0.05	0.006	0.004	0.005	0.0012	—	0.0012	—	比較鋼	
2	0.04	3.3	0.05	0.006	0.004	0.004	0.0012	—	0.0012	—	比較鋼	
3	0.06	3.0	0.05	0.006	0.004	0.002	0.0012	—	0.0012	—	比較鋼	
4	0.04	3.3	0.05	0.006	0.004	0.001	0.0020	0.0010	0.0024	—	発明鋼	
5	0.04	3.7	0.08	0.006	0.004	0.002	0.0020	0.0010	0.0024	—	発明鋼	
6	0.04	3.7	0.08	0.006	0.004	0.001	0.0020	0.0010	0.0024	—	発明鋼	
7	0.06	3.5	0.03	0.006	0.004	0.003	0.0030	—	0.0030	—	発明鋼	
8	0.06	3.5	0.03	0.006	0.004	0.002	0.0030	—	0.0030	—	発明鋼	
9	0.03	3.3	0.05	0.006	0.004	0.005	0.0030	0.0020	0.0038	—	発明鋼	
10	0.04	3.3	0.05	0.006	0.004	0.001	0.0030	0.0020	0.0038	—	発明鋼	
11	0.04	3.3	0.05	0.006	0.004	0.002	0.0050	0.0035	0.0064	—	比較鋼	
12	0.04	3.3	0.15	0.005	0.003	0.003	0.0035	—	0.0035	Ni:0.02, Sn:0.01, P:0.05	発明鋼	
13	0.04	3.3	0.15	0.005	0.003	0.002	0.0035	—	0.0035	Ni:0.02, Sn:0.01, P:0.05	発明鋼	
14	0.05	3.4	0.05	0.004	0.003	0.002	0.0030	—	0.0030	Sb:0.02, Mo:0.02, Cr:0.03	発明鋼	
15	0.05	3.4	0.05	0.004	0.003	0.001	0.0030	—	0.0030	Sb:0.02, Mo:0.02, Cr:0.03	発明鋼	
16	0.04	3.3	0.10	0.008	0.004	0.001	0.0025	0.0010	0.0029	Cu:0.05, B:0.001	発明鋼	
17	0.03	3.3	0.10	0.008	0.004	0.003	0.0025	0.0010	0.0029	Cu:0.05, B:0.001	発明鋼	
18	0.03	3.3	0.05	0.007	0.004	0.003	0.0040	—	0.0040	Ni:0.02, Sn:0.02, Bi:0.001	発明鋼	
19	0.04	3.3	0.05	0.003	0.003	0.003	0.0030	0.0030	0.0042	P:0.04, Sb:0.02, Nb:0.003, Te:0.001	発明鋼	
20	0.04	3.3	0.05	0.007	0.004	0.002	0.0035	—	0.0035	Ga:0.0008, Zn:0.0005, Ti:0.0005, Co:0.0012	発明鋼	

[表2]

No.	熱間圧延						熱延板純鈍の 600-700°C間の 加熱時間 (s)	熱延焼鈍板中 のS, Se析出物 の個数密度 (個/mm <sup>2</sup> )	冷間圧延での 破断発生率 (%)	製品板の 磁束密度B <sub>8</sub> (T)	備考
	粗圧延の4, 5パス 圧下率 (%)	歪速度 (s <sup>-1</sup> )	パス間時間 (s)	仕上圧延 1-2パス間の パス間時間 (s)	仕上圧延 終了温度 (°C)	冷却 750-650°C間 の冷却時間 (s)					
1	30	25	70	2.0	960	8	10	0.08	13	1.899	比較例
2	30	25	70	2.0	880	7	10	0.07	2	1.909	比較例
3	30	25	45	2.0	880	7	10	0.05	2	1.911	比較例
4	18	13	55	2.0	850	9	9	0.36	6	1.902	比較例
5	25	21	50	3.0	850	12	15	0.11	4	1.912	発明例
6	25	21	50	3.0	850	6	8	0.04	1	1.913	発明例
7	35	30	65	0.5	870	10	12	0.32	15	1.888	比較例
8	35	30	35	5.0	870	10	8	0.02	1	1.914	発明例
9	15	16	40	3.0	880	11	7	0.31	7	1.901	比較例
10	32	30	40	3.0	880	11	7	0.08	2	1.913	発明例
11	30	28	45	5.0	900	5	10	0.35	8	1.908	比較例
12	28	25	55	3.0	870	8	8	0.03	2	1.920	発明例
13	28	25	55	0.5	870	8	8	0.05	2	1.917	発明例
14	33	27	53	3.0	860	9	9	0.01	1	1.922	発明例
15	33	27	53	0.8	960	11	11	0.04	4	1.915	発明例
16	26	13	90	4.0	860	13	11	0.39	16	1.900	比較例
17	26	22	43	4.0	860	4	5	0.03	2	1.921	発明例
18	24	23	28	4.0	840	6	9	0.08	1	1.916	発明例
19	24	23	28	4.0	840	6	9	0.07	3	1.913	発明例
20	25	23	30	4.0	860	5	8	0.07	2	1.920	発明例

## 請求の範囲

- [請求項1] C : 0.03 ~ 0.08 mass %、Si : 2.0 ~ 5.0 mass %、Mn : 0.005 ~ 1.0 mass %、Al : 0.010 mass %未満、N : 0.006 mass %以下およびO : 0.0060 mass %以下を含有し、かつ、SとSeを  $(S + 0.405 \times Se)$  で0.0015 ~ 0.0060 mass %の範囲で含有し、残部がFeおよび不可避的不純物からなる成分組成を有する鋼スラブを、少なくとも連続する2パスの圧延を1050 ~ 1150°Cの温度域で行うとともに、上記2パスのパス間時間を60 s以下、各パスの圧下率を20%以上、歪速度を $15 \text{ s}^{-1}$ 以上とすることを含む熱間圧延をして熱延板とし、該熱延板に熱延板焼鈍を施した後、1回の冷間圧延または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延をして冷延板とし、該冷延板に一次再結晶焼鈍を兼ねた脱炭焼鈍を施した後、仕上焼鈍を施す方向性電磁鋼板の製造方法。
- [請求項2] 上記熱間圧延は、少なくとも1パスを850 ~ 950°Cの温度域で行い、  
上記熱間圧延後の熱延板焼鈍は、850°C以上の温度で行うとともに、  
上記熱間圧延後の冷却過程の750°Cから650°Cまでの冷却時間と上記熱延板焼鈍の加熱過程の600°Cから700°Cまでの加熱時間の和を20 s以下とすることを特徴とする請求項1に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。
- [請求項3] 上記850 ~ 950°Cの温度域での少なくとも1パスの圧延後、鋼板をそのままの状態で1.0 s以上保持することを特徴とする請求項2に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。
- [請求項4] 上記鋼スラブは、上記成分組成に加えてさらに、下記のA ~ C群から選ばれる少なくとも1群の成分を含有することを特徴とする請求項1 ~ 3のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

## 記

- ・ A群；Ni：1.50mass%以下
- ・ B群；Sn：0.50mass%以下、Sb：0.50mass%以下、Cu：0.50mass%以下、Mo：0.50mass%以下、Co：0.0100mass%以下、P：0.50mass%以下、Cr：1.50mass%以下、B：0.0200mass%以下およびBi：0.0200mass%以下から選ばれる少なくとも1種
- ・ C群；Nb：0.0200mass%以下、Ti：0.0200mass%以下、Te：0.0200mass%以下、Ga：0.0100mass%以下およびZn：0.500mass%以下から選ばれる少なくとも1種

## [請求項5]

C：0.03～0.08mass%、Si：2.0～5.0mass%、Mn：0.005～1.0mass%、Al：0.010mass%未満、N：0.006mass%以下およびO：0.0060mass%以下を含有し、かつ、SとSeを $(S + 0.405 \times Se)$ で0.0015～0.0060mass%の範囲で含有し、残部がFeおよび不可避的不純物からなる成分組成を有し、  
 圧延方向に沿った板厚断面の板厚中心部を含む板厚1/5幅の領域50mm<sup>2</sup>内に存在する長径が4μm以上の硫化物、セレン化物およびそれらの化合物が複合した析出物の個数密度が0.30個/mm<sup>2</sup>以下である方向性電磁鋼板用の熱延板。

## [請求項6]

上記成分組成に加えてさらに、下記のA～C群から選ばれる少なくとも1群の成分を含有することを特徴とする請求項5に記載の方向性電磁鋼板用の熱延板。

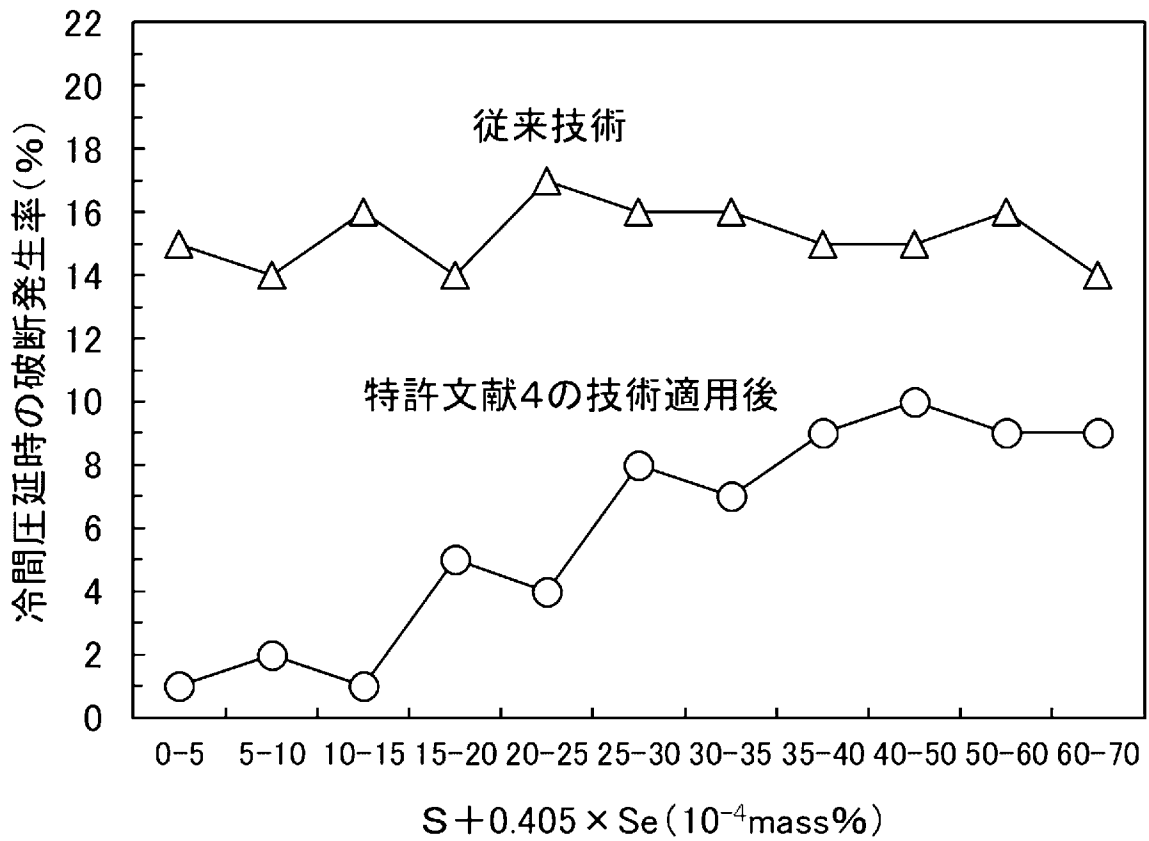
## 記

- ・ A群；Ni：1.50mass%以下
- ・ B群；Sn：0.50mass%以下、Sb：0.50mass%

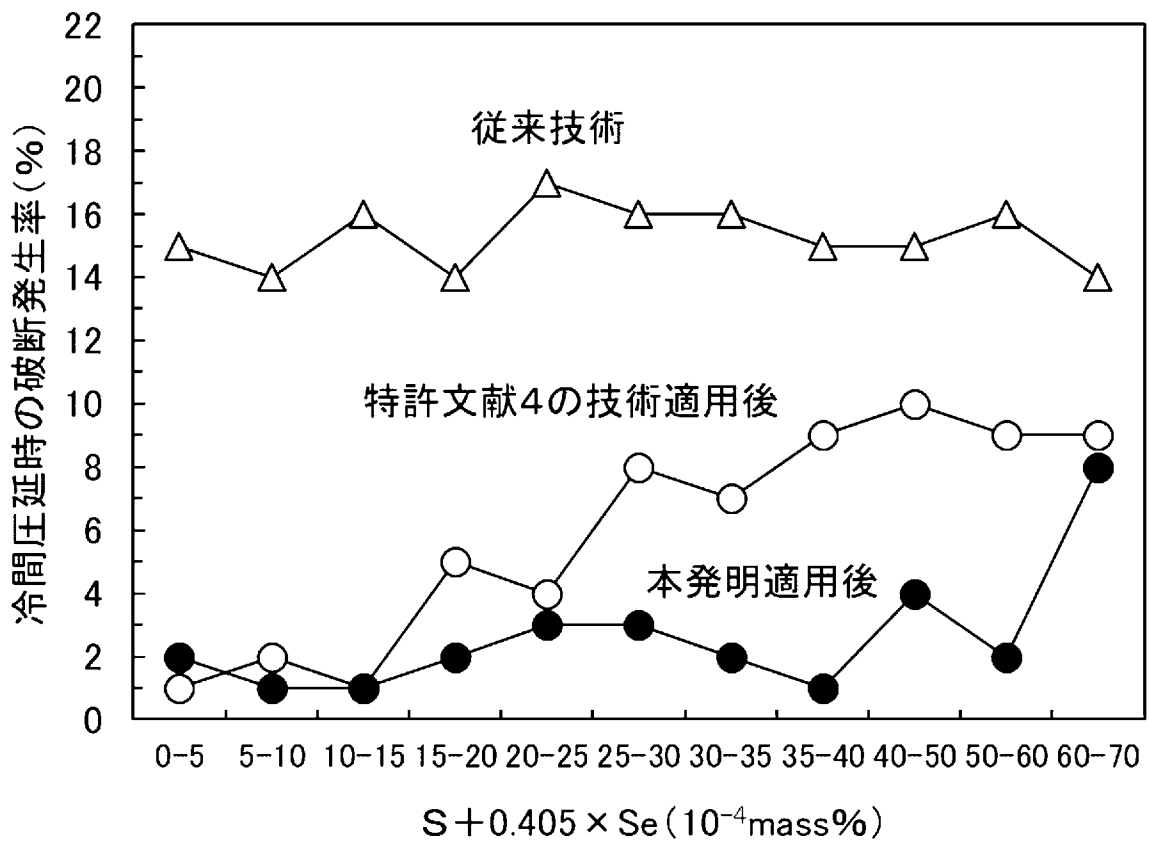
%以下、Cu : 0.50 mass%以下、Mo : 0.50 mass%以下、Co : 0.0100 mass%以下、P : 0.50 mass%以下、Cr : 1.50 mass%以下、B : 0.0200 mass%以下およびBi : 0.0200 mass%以下から選ばれる少なくとも1種

・C群 ; Nb : 0.0200 mass%以下、Ti : 0.0200 mass%以下、Te : 0.0200 mass%以下、Ga : 0.0100 mass%以下およびZn : 0.500 mass%以下から選ばれる少なくとも1種

[図1]



[図2]



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2023/030414

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b>		
<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 C; C22C38/00 303U; C22C38/60; H01F1/147 175		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b>		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) 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 1971-2023 Registered utility model specifications of Japan 1996-2023 Published registered utility model applications of Japan 1994-2023		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 5-105956 A (KAWASAKI STEEL CORP) 27 April 1993 (1993-04-27) claims, paragraphs [0001]-[0020], [0030]-[0039], fig. 2(b)	5-6
A		1-4
A	JP 2002-212639 A (NIPPON STEEL CORP) 31 July 2002 (2002-07-31) entire text	1-6
A	JP 2003-226916 A (JFE STEEL KK) 15 August 2003 (2003-08-15) entire text	1-6
A	JP 2014-500399 A (POSCO) 09 January 2014 (2014-01-09) entire text, all drawings	1-6
A	US 2013/0174940 A1 (CICALE, Stefano) 11 July 2013 (2013-07-11) entire text, all drawings	1-6
<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 <b>01 November 2023</b>		Date of mailing of the international search report <b>14 November 2023</b>
Name and mailing address of the ISA/JP <b>Japan Patent Office (ISA/JP) 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915 Japan</b>		Authorized officer  Telephone No.

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

International application No.

**PCT/JP2023/030414**

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP 5-105956 A	27 April 1993	(Family: none)	
JP 2002-212639 A	31 July 2002	(Family: none)	
JP 2003-226916 A	15 August 2003	(Family: none)	
JP 2014-500399 A	09 January 2014	US 2013/0180634 A1 entire text, all drawings WO 2012/087016 A2 EP 2657356 A2 KR 10-2012-0071820 A CN 103270180 A	
US 2013/0174940 A1	11 July 2013	WO 2011/114178 A1 entire text, all drawings EP 2547799 A2 BR 112012023611 A2	

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 C; C22C38/00 303U; C22C38/60; H01F1/147 175		
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）） C21D8/12; C21D9/46; C22C38/00-C22C38/60; H01F1/147 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 1971-2023年 日本国実用新案登録公報 1996-2023年 日本国登録実用新案公報 1994-2023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
X	JP 5-105956 A (川崎製鉄株式会社) 27.04.1993 (1993 - 04 - 27) 特許請求の範囲, 0001-0020, 0030-0039, 図2(b)	5-6
A		1-4
A	JP 2002-212639 A (新日本製鐵株式会社) 31.07.2002 (2002 - 07 - 31) 全文	1-6
A	JP 2003-226916 A (JFEスチール株式会社) 15.08.2003 (2003 - 08 - 15) 全文	1-6
A	JP 2014-500399 A (ポスコ) 09.01.2014 (2014 - 01 - 09) 全文, 全図	1-6
A	US 2013/0174940 A1 (CICALÉ, Stefano) 11.07.2013 (2013 - 07 - 11) 全文, 全図	1-6
<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。		
* 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な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 “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	国際調査報告の発送日	
01.11.2023	14.11.2023	
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/JP2023/030414

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP 5-105956 A	27.04.1993	(ファミリーなし)	
JP 2002-212639 A	31.07.2002	(ファミリーなし)	
JP 2003-226916 A	15.08.2003	(ファミリーなし)	
JP 2014-500399 A	09.01.2014	US 2013/0180634 A1 全文,全図	
		WO 2012/087016 A2	
		EP 2657356 A2	
		KR 10-2012-0071820 A	
		CN 103270180 A	
US 2013/0174940 A1	11.07.2013	WO 2011/114178 A1 全文,全図	
		EP 2547799 A2	
		BR 112012023611 A2	