

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4709950号  
(P4709950)

(45) 発行日 平成23年6月29日(2011.6.29)

(24) 登録日 平成23年3月25日(2011.3.25)

(51) Int.Cl.

F I

C 2 1 D 8/12 (2006.01)

C 2 1 D 8/12 B

B 2 1 B 3/02 (2006.01)

B 2 1 B 3/02

C 2 2 C 38/00 (2006.01)

C 2 2 C 38/00 3 O 3 U

C 2 2 C 38/06 (2006.01)

C 2 2 C 38/06

C 2 2 C 38/60 (2006.01)

C 2 2 C 38/60

請求項の数 16 (全 51 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2010-541361 (P2010-541361)  
 (86) (22) 出願日 平成22年7月15日(2010.7.15)  
 (86) 国際出願番号 PCT/JP2010/061938  
 (87) 国際公開番号 W02011/007817  
 (87) 国際公開日 平成23年1月20日(2011.1.20)  
 審査請求日 平成22年11月12日(2010.11.12)  
 (31) 優先権主張番号 特願2009-168974 (P2009-168974)  
 (32) 優先日 平成21年7月17日(2009.7.17)  
 (33) 優先権主張国 日本国(JP)  
 (31) 優先権主張番号 特願2009-169011 (P2009-169011)  
 (32) 優先日 平成21年7月17日(2009.7.17)  
 (33) 優先権主張国 日本国(JP)  
 (31) 優先権主張番号 特願2010-14724 (P2010-14724)  
 (32) 優先日 平成22年1月26日(2010.1.26)  
 (33) 優先権主張国 日本国(JP)

(73) 特許権者 000006655  
 新日本製鐵株式会社  
 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号  
 (74) 代理人 100090273  
 弁理士 國分 孝悦  
 (72) 発明者 牛神 義行  
 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新  
 日本製鐵株式会社内  
 (72) 発明者 藤井 宣憲  
 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新  
 日本製鐵株式会社内

審査官 本多 仁

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 方向性電磁鋼板の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

S i : 0 . 8 質量% ~ 7 質量%、酸可溶性 A l : 0 . 0 1 質量% ~ 0 . 0 6 5 質量%、  
 N : 0 . 0 0 4 質量% ~ 0 . 0 1 2 質量%、M n : 0 . 0 5 質量% ~ 1 質量%、及び B :  
 0 . 0 0 0 5 質量% ~ 0 . 0 0 8 0 質量%を含有し、S 及び S e からなる群から選択され  
 た少なくとも1種を総量で0 . 0 0 3 質量% ~ 0 . 0 1 5 質量%含有し、C 含有量が0 .  
 0 8 5 質量%以下であり、残部がF e 及び不可避免の不純物からなる珪素鋼素材の熱間圧延  
 を行って熱間圧延鋼帯を得る工程と、

前記熱間圧延鋼帯の焼鈍を行って、焼鈍鋼帯を得る工程と、

前記焼鈍鋼帯を1回以上、冷間圧延して冷間圧延鋼帯を得る工程と、

前記冷間圧延鋼帯の脱炭焼鈍を行って、一次再結晶が生じた脱炭焼鈍鋼帯を得る工程と

、

M g Oを主成分とする焼鈍分離剤を前記脱炭焼鈍鋼帯に塗布する工程と、

前記脱炭焼鈍鋼帯の仕上げ焼鈍により、二次再結晶を生じさせる工程と、

を有し、

更に、前記脱炭焼鈍の開始から仕上げ焼鈍における二次再結晶の発現までの間に、前記  
 脱炭焼鈍鋼帯のN含有量を増加させる窒化処理を行う工程を有し、

前記熱間圧延を行う工程は、

前記珪素鋼素材を1000 ~ 800 の温度域に300秒間以上保持する工程と、

その後、仕上げ圧延を行う工程と、

10

20

を有することを特徴とする方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項 2】

前記珪素鋼素材に S e が含有されていない場合、前記熱間圧延を行う工程の前に、下記式 ( 1 ) で表される温度 T 1 ( ) 以下の温度まで前記珪素鋼素材を加熱する工程を有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。

$$T1=14855/(6.82-\log([Mn] \times [S]))-273 \quad \cdots (1)$$

ここで、[ M n ] は前記珪素鋼素材の M n 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ S ] は前記珪素鋼素材の S 含有量 ( 質量 % ) を示す。

【請求項 3】

前記珪素鋼素材に S が含有されていない場合、前記熱間圧延を行う工程の前に、下記式 ( 2 ) で表される温度 T 2 ( ) 以下の温度まで前記珪素鋼素材を加熱する工程を有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。

$$T2=10733/(4.08-\log([Mn] \times [Se]))-273 \quad \cdots (2)$$

ここで、[ M n ] は前記珪素鋼素材の M n 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ S e ] は前記珪素鋼素材の S e 含有量 ( 質量 % ) を示す。

【請求項 4】

前記珪素鋼素材に S 及び S e が含有されている場合、前記熱間圧延を行う工程の前に、下記式 ( 1 ) で表される温度 T 1 ( ) 以下、かつ下記式 ( 2 ) で表される温度 T 2 ( ) 以下の温度まで前記珪素鋼素材を加熱する工程を有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。

$$T1=14855/(6.82-\log([Mn] \times [S]))-273 \quad \cdots (1)$$

$$T2=10733/(4.08-\log([Mn] \times [Se]))-273 \quad \cdots (2)$$

ここで、[ M n ] は前記珪素鋼素材の M n 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ S ] は前記珪素鋼素材の S 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ S e ] は前記珪素鋼素材の S e 含有量 ( 質量 % ) を示す。

【請求項 5】

前記窒化処理を、前記窒化処理後の鋼帯の N 含有量 [ N ] が、下記式 ( 3 ) を満たす条件下で行う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。

$$[N] \quad 14/27[Al]+14/11[B]+14/47[Ti] \quad \cdots (3)$$

ここで、[ N ] は前記窒化処理後の鋼帯の N 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ A l ] は前記窒化処理後の鋼帯の酸可溶性 A l 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ B ] は前記窒化処理後の鋼帯の B 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ T i ] は前記窒化処理後の鋼帯の T i 含有量 ( 質量 % ) を示す。

【請求項 6】

前記窒化処理を、前記窒化処理後の鋼帯の N 含有量 [ N ] が、下記式 ( 3 ) を満たす条件下で行う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。

$$[N] \quad 14/27[Al]+14/11[B]+14/47[Ti] \quad \cdots (3)$$

ここで、[ N ] は前記窒化処理後の鋼帯の N 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ A l ] は前記窒化処理後の鋼帯の酸可溶性 A l 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ B ] は前記窒化処理後の鋼帯の B 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ T i ] は前記窒化処理後の鋼帯の T i 含有量 ( 質量 % ) を示す。

【請求項 7】

前記窒化処理を、前記窒化処理後の鋼帯の N 含有量 [ N ] が、下記式 ( 3 ) を満たす条件下で行うことを特徴とする請求項 3 に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

$$[N] \quad 14/27[Al]+14/11[B]+14/47[Ti] \quad \cdots (3)$$

ここで、[ N ] は前記窒化処理後の鋼帯の N 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ A l ] は前記窒化処理後の鋼帯の酸可溶性 A l 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ B ] は前記窒化処理後の鋼帯の B 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ T i ] は前記窒化処理後の鋼帯の T i 含有量 ( 質量 % ) を示す。

【請求項 8】

10

20

30

40

50

前記窒化処理を、前記窒化処理後の鋼帯の N 含有量 [ N ] が、下記式 ( 3 ) を満たす条件下で行うことを特徴とする請求項 4 に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

$$[N] = 14/27[Al] + 14/11[B] + 14/47[Ti] \quad \cdots (3)$$

ここで、[ N ] は前記窒化処理後の鋼帯の N 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ Al ] は前記窒化処理後の鋼帯の酸可溶性 Al 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ B ] は前記窒化処理後の鋼帯の B 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ Ti ] は前記窒化処理後の鋼帯の Ti 含有量 ( 質量 % ) を示す。

#### 【請求項 9】

前記窒化処理を、前記窒化処理後の鋼帯の N 含有量 [ N ] が、下記式 ( 4 ) を満たす条件下で行う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。

$$[N] = 2/3[Al] + 14/11[B] + 14/47[Ti] \quad \cdots (4)$$

ここで、[ N ] は前記窒化処理後の鋼帯の N 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ Al ] は前記窒化処理後の鋼帯の酸可溶性 Al 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ B ] は前記窒化処理後の鋼帯の B 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ Ti ] は前記窒化処理後の鋼帯の Ti 含有量 ( 質量 % ) を示す。

#### 【請求項 10】

前記窒化処理を、前記窒化処理後の鋼帯の N 含有量 [ N ] が、下記式 ( 4 ) を満たす条件下で行う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。

$$[N] = 2/3[Al] + 14/11[B] + 14/47[Ti] \quad \cdots (4)$$

ここで、[ N ] は前記窒化処理後の鋼帯の N 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ Al ] は前記窒化処理後の鋼帯の酸可溶性 Al 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ B ] は前記窒化処理後の鋼帯の B 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ Ti ] は前記窒化処理後の鋼帯の Ti 含有量 ( 質量 % ) を示す。

#### 【請求項 11】

前記窒化処理を、前記窒化処理後の鋼帯の N 含有量 [ N ] が、下記式 ( 4 ) を満たす条件下で行うことを特徴とする請求項 3 に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

$$[N] = 2/3[Al] + 14/11[B] + 14/47[Ti] \quad \cdots (4)$$

ここで、[ N ] は前記窒化処理後の鋼帯の N 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ Al ] は前記窒化処理後の鋼帯の酸可溶性 Al 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ B ] は前記窒化処理後の鋼帯の B 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ Ti ] は前記窒化処理後の鋼帯の Ti 含有量 ( 質量 % ) を示す。

#### 【請求項 12】

前記窒化処理を、前記窒化処理後の鋼帯の N 含有量 [ N ] が、下記式 ( 4 ) を満たす条件下で行うことを特徴とする請求項 4 に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

$$[N] = 2/3[Al] + 14/11[B] + 14/47[Ti] \quad \cdots (4)$$

ここで、[ N ] は前記窒化処理後の鋼帯の N 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ Al ] は前記窒化処理後の鋼帯の酸可溶性 Al 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ B ] は前記窒化処理後の鋼帯の B 含有量 ( 質量 % ) を示し、[ Ti ] は前記窒化処理後の鋼帯の Ti 含有量 ( 質量 % ) を示す。

#### 【請求項 13】

前記珪素鋼素材が、更に、Cr : 0 . 3 質量 % 以下、Cu : 0 . 4 質量 % 以下、Ni : 1 質量 % 以下、P : 0 . 5 質量 % 以下、Mo : 0 . 1 質量 % 以下、Sn : 0 . 3 質量 % 以下、Sb : 0 . 3 質量 % 以下、及び Bi : 0 . 0 1 質量 % 以下からなる群から選択された少なくとも 1 種を含有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 14】

前記珪素鋼素材が、更に、Cr : 0 . 3 質量 % 以下、Cu : 0 . 4 質量 % 以下、Ni : 1 質量 % 以下、P : 0 . 5 質量 % 以下、Mo : 0 . 1 質量 % 以下、Sn : 0 . 3 質量 % 以下、Sb : 0 . 3 質量 % 以下、及び Bi : 0 . 0 1 質量 % 以下からなる群から選択された少なくとも 1 種を含有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

10

20

30

40

50

。

## 【請求項 15】

前記珪素鋼素材が、更に、Cr：0.3質量%以下、Cu：0.4質量%以下、Ni：1質量%以下、P：0.5質量%以下、Mo：0.1質量%以下、Sn：0.3質量%以下、Sb：0.3質量%以下、及びBi：0.01質量%以下からなる群から選択された少なくとも1種を含有することを特徴とする請求項3に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

。

## 【請求項 16】

前記珪素鋼素材が、更に、Cr：0.3質量%以下、Cu：0.4質量%以下、Ni：1質量%以下、P：0.5質量%以下、Mo：0.1質量%以下、Sn：0.3質量%以下、Sb：0.3質量%以下、及びBi：0.01質量%以下からなる群から選択された少なくとも1種を含有することを特徴とする請求項4に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

10

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、電気機器の鉄芯等に好適な方向性電磁鋼板の製造方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

方向性電磁鋼板は軟磁性材料であり、変圧器（トランス）等の電気機器の鉄芯等に用いられる。方向性電磁鋼板には、7質量%以下程度のSiが含有されている。方向性電磁鋼板の結晶粒は、ミラー指数で{110}<001>方位に高度に集積している。結晶粒の方位の制御は、二次再結晶とよばれる異常粒成長現象を利用して行われている。

20

## 【0003】

二次再結晶の制御には、二次再結晶前の一次再結晶により得られる組織（一次再結晶組織）の調整、及びインヒビターとよばれる微細析出物又は粒界偏析元素の調整が重要である。インヒビターは、一次再結晶組織のなかで、{110}<001>方位の結晶粒を優先的に成長させ、他の結晶粒の成長を抑制する機能を持つ。

## 【0004】

そして、従来、インヒビターを効果的に析出させることを目的とした種々の提案がされている。

30

## 【0005】

しかしながら、従来の技術では、高い磁束密度の方向性電磁鋼板を工業的に安定して製造することが困難である。

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0006】

【特許文献1】特公昭30-003651号公報

【特許文献2】特公昭33-004710号公報

【特許文献3】特公昭51-013469号公報

40

【特許文献4】特公昭62-045285号公報

【特許文献5】特開平03-002324号公報

【特許文献6】米国特許第3905842号公報

【特許文献7】米国特許第3905843号公報

【特許文献8】特開平01-230721号公報

【特許文献9】特開平01-283324号公報

【特許文献10】特開平10-140243号公報

【特許文献11】特開2000-129352号公報

【特許文献12】特開平11-050153号公報

【特許文献13】特開2001-152250号公報

50

【特許文献 14】特開 2000-282142 号公報

【特許文献 15】特開平 11-335736 号公報

【非特許文献】

【0007】

【非特許文献 1】Trans. Met. Soc. AIME, 212(1958)p769/781

【非特許文献 2】日本金属学会誌 27 (1963) p186

【非特許文献 3】鉄と鋼 53 (1967) p1007 / 1023

【非特許文献 4】日本金属学会誌 43 (1979年) p175 / 181、同 44 (1980年) p419 / 424

【非特許文献 5】Materials Science Forum204-206(1996)p593/598

10

【非特許文献 6】IEEE Trans. Mag. MAG-13 p1427

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

本発明は、高い磁束密度の方向性電磁鋼板を工業的に安定して製造することができる方向性電磁鋼板の製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明の第 1 の観点に係る方向性電磁鋼板の製造方法は、Si : 0.8 質量% ~ 7 質量%、酸可溶性 Al : 0.01 質量% ~ 0.065 質量%、N : 0.004 質量% ~ 0.012 質量%、Mn : 0.05 質量% ~ 1 質量%、及び B : 0.0005 質量% ~ 0.008 質量% を含有し、S 及び Se からなる群から選択された少なくとも 1 種を総量で 0.003 質量% ~ 0.015 質量% 含有し、C 含有量が 0.085 質量% 以下であり、残部が Fe 及び不可避免的な不純物からなる珪素鋼素材の熱間圧延を行って熱間圧延鋼帯を得る工程と、前記熱間圧延鋼帯の焼鈍を行って、焼鈍鋼帯を得る工程と、前記焼鈍鋼帯を 1 回以上、冷間圧延して冷間圧延鋼帯を得る工程と、前記冷間圧延鋼帯の脱炭焼鈍を行って、一次再結晶が生じた脱炭焼鈍鋼帯を得る工程と、MgO を主成分とする焼鈍分離剤を前記脱炭焼鈍鋼帯に塗布する工程と、前記脱炭焼鈍鋼帯の仕上げ焼鈍により、二次再結晶を生じさせる工程と、を有し、更に、前記脱炭焼鈍の開始から仕上げ焼鈍における二次再結晶の発現までの間に、前記脱炭焼鈍鋼帯の N 含有量を増加させる窒化処理を行う工程を有し、前記熱間圧延を行う工程は、前記珪素鋼素材を 1000 ~ 800 の温度域に 300 秒間以上保持する工程と、その後、仕上げ圧延を行う工程と、を有することを特徴とする。

20

30

【0010】

本発明の第 2 の観点に係る方向性電磁鋼板の製造方法は、第 1 の観点に係る方法において、前記珪素鋼素材に Se が含有されていない場合、前記熱間圧延を行う工程の前に、下記式 (1) で表される温度 T1 ( ) 以下の温度まで前記珪素鋼素材を加熱する工程を有することを特徴とする。

$$T1=14855/(6.82-\log([Mn] \times [S]))-273 \quad \cdots (1)$$

ここで、[Mn] は前記珪素鋼素材の Mn 含有量 (質量%) を示し、[S] は前記珪素鋼素材の S 含有量 (質量%) を示す。

40

【0011】

本発明の第 3 の観点に係る方向性電磁鋼板の製造方法は、第 1 の観点に係る方法において、前記珪素鋼素材に S が含有されていない場合、前記熱間圧延を行う工程の前に、下記式 (2) で表される温度 T2 ( ) 以下の温度まで前記珪素鋼素材を加熱する工程を有することを特徴とする。

$$T2=10733/(4.08-\log([Mn] \times [Se]))-273 \quad \cdots (2)$$

ここで、[Mn] は前記珪素鋼素材の Mn 含有量 (質量%) を示し、[Se] は前記珪素鋼素材の Se 含有量 (質量%) を示す。

【0012】

50

本発明の第４の観点に係る方向性電磁鋼板の製造方法は、第１の観点に係る方法において、前記珪素鋼素材にＳ及びＳｅが含有されている場合、前記熱間圧延を行う工程の前に、式（１）で表される温度Ｔ１（ ）以下、かつ式（２）で表される温度Ｔ２（ ）以下の温度まで前記珪素鋼素材を加熱する工程を有することを特徴とする。

【００１３】

本発明の第５の観点に係る方向性電磁鋼板の製造方法は、第１～第４の観点のいずれかに係る方法において、前記窒化処理を、前記窒化処理後の鋼帯のＮ含有量〔Ｎ〕が、下記式（３）を満たす条件下で行うことを特徴とする。

$[N] = 14/27[Al] + 14/11[B] + 14/47[Ti] \cdots (3)$

ここで、〔Ｎ〕は前記窒化処理後の鋼帯のＮ含有量（質量％）を示し、〔Ａｌ〕は前記窒化処理後の鋼帯の酸可溶性Ａｌ含有量（質量％）を示し、〔Ｂ〕は前記窒化処理後の鋼帯のＢ含有量（質量％）を示し、〔Ｔｉ〕は前記窒化処理後の鋼帯のＴｉ含有量（質量％）を示す。

【００１４】

本発明の第６の観点に係る方向性電磁鋼板の製造方法は、第１～第４の観点のいずれかに係る方法において、前記窒化処理を、前記窒化処理後の鋼帯のＮ含有量〔Ｎ〕が、下記式（４）を満たす条件下で行うことを特徴とする。

$[N] = 2/3[Al] + 14/11[B] + 14/47[Ti] \cdots (4)$

【発明の効果】

【００１５】

本発明によれば、適切にＢＮをＭｎＳ及び／又はＭｎＳｅに複合析出させ、適切なインヒビターを形成することができるため、高い磁束密度を得ることができる。また、これらの工程は、工業的に安定して実行することができる。

【図面の簡単な説明】

【００１６】

【図１】図１は、方向性電磁鋼板の製造方法を示すフローチャートである。

【図２】図２は、第１の実験の結果（熱間圧延鋼帯中の析出物と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係）を示す図である。

【図３】図３は、第１の実験の結果（ＢＮとして析出していないＢの量と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係）を示す図である。

【図４】図４は、第１の実験の結果（熱間圧延の条件と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係）を示す図である。

【図５】図５は、第２の実験の結果（熱間圧延鋼帯中の析出物と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係）を示す図である。

【図６】図６は、第２の実験の結果（ＢＮとして析出していないＢの量と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係）を示す図である。

【図７】図７は、第２の実験の結果（熱間圧延の条件と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係）を示す図である。

【図８】図８は、第３の実験の結果（熱間圧延鋼帯中の析出物と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係）を示す図である。

【図９】図９は、第３の実験の結果（ＢＮとして析出していないＢの量と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係）を示す図である。

【図１０】図１０は、第３の実験の結果（熱間圧延の条件と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係）を示す図である。

【図１１】図１１は、ＢＮの析出量と保持温度及び保持時間との関係を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【００１７】

本発明者らは、Ｂを含有する所定の組成の珪素鋼素材から方向性電磁鋼板を製造する場合、Ｂの析出形態が二次再結晶の挙動に影響するのではないかと考え、種々の実験を行った。ここで、方向性電磁鋼板の製造方法の概略について説明する。図１は、方向性電磁鋼

10

20

30

40

50

板の製造方法を示すフローチャートである。

【0018】

先ず、図1に示すように、ステップS1において、Bを含有する所定の組成の珪素鋼素材の熱間圧延を行う。熱間圧延により、熱間圧延鋼帯が得られる。その後、ステップS2において、熱間圧延鋼帯の焼鈍を行って、熱間圧延鋼帯内の組織の均一化及びインヒビターの析出の調整を行う。焼鈍により、焼鈍鋼帯が得られる。続いて、ステップS3において、焼鈍鋼帯の冷間圧延を行う。冷間圧延は1回のみ行ってもよく、複数回の冷間圧延を、間に中間焼鈍を行いながら行ってもよい。冷間圧延により、冷間圧延鋼帯が得られる。なお、中間焼鈍を行う場合、冷間圧延前の熱延鋼帯の焼鈍を省略して、中間焼鈍において焼鈍(ステップS2)を行ってもよい。つまり、焼鈍(ステップS2)は、熱延鋼帯に対して行ってもよく、一度冷間圧延した後の最終冷間圧延前の鋼帯に対して行ってもよい。

10

【0019】

冷間圧延後には、ステップS4において、冷間圧延鋼帯の脱炭焼鈍を行う。この脱炭焼鈍の際に、一次再結晶が生じる。また、脱炭焼鈍により、脱炭焼鈍鋼帯が得られる。次いで、ステップS5において、MgO(マグネシア)を主成分とする焼鈍分離剤を脱炭処理鋼帯の表面に塗布して、仕上げ焼鈍を行う。この仕上げ焼鈍の際に、二次再結晶が生じ、鋼帯の表面にフォルステライトを主成分とするガラス被膜が形成され、純化が行われる。二次再結晶の結果、Goss方位に揃った二次再結晶組織が得られる。仕上げ焼鈍により、仕上げ焼鈍鋼帯が得られる。更に、脱炭焼鈍の開始から仕上げ焼鈍における二次再結晶の発現までの間には、鋼帯の窒素量を増加させる窒化処理を行っておく(ステップS6)。

20

【0020】

このようにして方向性電磁鋼板を得ることができる。

【0021】

また、詳細は後述するが、珪素鋼素材としては、Si:0.8質量%~7質量%、酸可溶性Al:0.01質量%~0.065質量%、N:0.004質量%~0.012質量%、及びMn:0.05質量%~1質量%を含有し、更に、所定量のS及び/又はSe、並びにBを含有し、C含有量が0.085質量%以下であり、残部がFe及び不可避免的不純物からなるものを用いる。

【0022】

30

そして、本発明者らは、種々の実験の結果、熱間圧延(ステップS1)の条件を調整して、熱間圧延鋼帯中にインヒビターとして有効な形態の析出物を発生させることが重要であることを見出した。具体的には、本発明者らは、熱間圧延の条件の調整により、珪素鋼素材中のBが主としてBN析出物としてMnS及び/又はMnSeに複合析出すると、インヒビターが熱的に安定化し、一次再結晶の粒組織が整粒化することを見出した。そして、本発明者らは、磁気特性の良好な方向性電磁鋼板を安定して製造することができるという知見を得て、本発明を完成させた。

【0023】

ここで、本発明者らが行った実験について説明する。

【0024】

40

(第1の実験)

第1の実験では、先ず、Si:3.3質量%、C:0.06質量%、酸可溶性Al:0.027質量%、N:0.008質量%、Mn:0.05質量%~0.19質量%、S:0.007質量%、及びB:0.0010質量%~0.0035質量%を含有し、残部がFe及び不可避免的不純物からなる種々の珪素鋼スラブを得た。次いで、珪素鋼スラブを1100~1250の温度で加熱し、熱間圧延を行った。熱間圧延では、粗圧延を1050で行った後、仕上げ圧延を1000で行って厚さが2.3mmの熱間圧延鋼帯を得た。そして、熱間圧延鋼帯に冷却水を噴射して550まで冷却し、その後、大気中で冷却した。続いて、熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが0.22mmの冷間圧延鋼帯を得た。その後、15/sの速度で冷間圧延鋼帯を加熱し、8

50

40 の温度で脱炭焼鈍を行って脱炭焼鈍鋼帯を得た。続いて、脱炭焼鈍鋼帯をアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼帯中の窒素を0.022質量%まで増加させた。次いで、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、仕上げ焼鈍を行った。このようにして種々の試料を作製した。

#### 【0025】

そして、熱間圧延鋼帯中の析出物と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係を調査した。この結果を図2に示す。図2の横軸はMnSの析出量をSの量に換算した値(質量%)を示し、縦軸はBNの析出量をBに換算した値(質量%)を示す。横軸はMnSとして析出したSの量(質量%)に相当する。また、白丸は磁束密度B8が1.88T以上であったことを示し、黒四角は磁束密度B8が1.88T未満であったことを示している。図2に示すように、MnS及びBNの析出量が一定値未満の試料では、磁束密度B8が低かった。このことは、二次再結晶が不安定であったことを示す。

10

#### 【0026】

更に、BNとして析出していないBの量と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係を調査した。この結果を図3に示す。図3の横軸はB含有量(質量%)を示し、縦軸はBNの析出量をBに換算した値(質量%)を示す。また、白丸は磁束密度B8が1.88T以上であったことを示し、黒四角は磁束密度B8が1.88T未満であったことを示している。図3に示すように、BNとして析出していないBの量が一定値以上である試料では、磁束密度B8が低かった。このことは、二次再結晶が不安定であったことを示す。

20

#### 【0027】

更に、磁気特性が良好な試料について析出物の形態を調査した結果、MnSを核としてBNがMnSの周辺に複合析出していることが判明した。このような複合析出物が二次再結晶を安定化させるインヒビターとして有効である。

#### 【0028】

また、熱間圧延の条件と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係を調査した。この結果を図4に示す。図4の横軸はMn含有量(質量%)を示し、縦軸は熱間圧延時のスラブ加熱の温度( )を示す。また、白丸は磁束密度B8が1.88T以上であったことを示し、黒四角は磁束密度B8が1.88T未満であったことを示している。また、図4中の曲線は、下記式(1)で表わされるMnSの溶体化温度T1( )を示している。図4に示すように、Mn含有量に応じて定まる温度以下でスラブ加熱を行った試料において、高い磁束密度B8が得られることが判明した。更に、この温度はMnSの溶体化温度T1とほぼ一致していることも判明した。つまり、スラブ加熱を、MnSが完全固溶しない温度域で行うことが有効であることが判明した。

30

$$T1=14855/(6.82-\log([Mn] \times [S]))-273 \quad \cdots (1)$$

ここで、[Mn]はMn含有量(質量%)を示し、[S]はS含有量(質量%)を示す。

#### 【0029】

更に、MnS及びBNの析出挙動を調査した結果、BNはMnSが存在する場合に、MnSを核として優先的に複合析出すること、及びその析出ノーズが800 ~ 1000であることが判明した。

40

#### 【0030】

また、本発明者らは、BNの析出に有効な条件について調査した。この調査では、先ず、Si:3.3質量%、C:0.06質量%、酸可溶性Al:0.027質量%、N:0.006質量%、Mn:0.1質量%、S:0.007質量%、及びB:0.0014質量%を含有し、残部がFe及び不可避免的不純物からなり、厚さが40mmの珪素鋼スラブを得た。次いで、珪素鋼スラブを1200 の温度で加熱し、1100 で粗圧延を行って厚さを15mmとした。その後、1050 ~ 800 の炉に一定時間保持した。続いて、仕上げ圧延を行って2.3mmの熱間圧延鋼帯を得た。そして、熱間圧延鋼帯を室温まで水冷し、析出物の調査を行った。この結果、粗圧延と仕上げ圧延との間に、1000 ~ 800 の温度域に300秒間以上保持すると、良好な複合析出物が生じることが判

50



明した。

#### 【0031】

(第2の実験)

第2の実験では、先ず、Si : 3.3質量%、C : 0.06質量%、酸可溶性Al : 0.028質量%、N : 0.007質量%、Mn : 0.05質量% ~ 0.20質量%、Se : 0.007質量%、及びB : 0.0010質量% ~ 0.0035質量%を含有し、残部がFe及び不可避免的不純物からなる種々の珪素鋼スラブを得た。次いで、珪素鋼スラブを1100 ~ 1250の温度で加熱し、熱間圧延を行った。熱間圧延では、粗圧延を1050で行った後、仕上げ圧延を1000で行って厚さが2.3mmの熱間圧延鋼帯を得た。そして、熱間圧延鋼帯に冷却水を噴射して550まで冷却し、その後、大気中で冷却した。続いて、熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが0.22mmの冷間圧延鋼帯を得た。その後、15/sの速度で冷間圧延鋼帯を加熱し、840の温度で脱炭焼鈍を行って脱炭焼鈍鋼帯を得た。続いて、脱炭焼鈍鋼帯をアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼帯中の窒素を0.022質量%まで増加させた。次いで、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、仕上げ焼鈍を行った。このようにして種々の試料を作製した。

10

#### 【0032】

そして、熱間圧延鋼帯中の析出物と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係を調査した。この結果を図5に示す。図5の横軸はMnSeの析出量をSeの量に換算した値(質量%)を示し、縦軸はBNの析出量をBに換算した値(質量%)を示す。横軸はMnSeとして析出したSeの量(質量%)に相当する。また、白丸は磁束密度B8が1.88T以上であったことを示し、黒四角は磁束密度B8が1.88T未満であったことを示している。図5に示すように、MnSe及びBNの析出量が一定値未満の試料では、磁束密度B8が低かった。このことは、二次再結晶が不安定であったことを示す。

20

#### 【0033】

更に、BNとして析出していないBの量と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係を調査した。この結果を図6に示す。図6の横軸はB含有量(質量%)を示し、縦軸はBNの析出量をBに換算した値(質量%)を示す。また、白丸は磁束密度B8が1.88T以上であったことを示し、黒四角は磁束密度B8が1.88T未満であったことを示している。図6に示すように、BNとして析出していないBの量が一定値以上である試料では、磁束密度B8が低かった。このことは、二次再結晶が不安定であったことを示す。

30

#### 【0034】

更に、磁気特性が良好な試料について析出物の形態を調査した結果、MnSeを核としてBNがMnSeの周辺に複合析出していることが判明した。このような複合析出物が二次再結晶を安定化させるインヒビターとして有効である。

#### 【0035】

また、熱間圧延の条件と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係を調査した。この結果を図7に示す。図7の横軸はMn含有量(質量%)を示し、縦軸は熱間圧延時のスラブ加熱の温度( )を示す。また、白丸は磁束密度B8が1.88T以上であったことを示し、黒四角は磁束密度B8が1.88T未満であったことを示している。また、図7中の曲線は、下記式(2)で表わされるMnSeの溶体化温度T2( )を示している。図7に示すように、Mn含有量に応じて定まる温度以下でスラブ加熱を行った試料において、高い磁束密度B8が得られることが判明した。更に、この温度はMnSeの溶体化温度T2とほぼ一致していることも判明した。つまり、スラブ加熱を、MnSeが完全固溶しない温度域で行うことが有効であることが判明した。

40

$$T2=10733/(4.08-\log([Mn] \times [Se]))-273 \quad \cdots (2)$$

ここで、[Se]はSe含有量(質量%)を示す。

#### 【0036】

更に、MnSe及びBNの析出挙動を調査した結果、BNはMnSeが存在する場合に、MnSeを核として優先的に複合析出すること、及びその析出ノーズが800 ~ 10

50

00 であることが判明した。

#### 【0037】

また、本発明者らは、BNの析出に有効な条件について調査した。この調査では、先ず、Si: 3.3質量%、C: 0.06質量%、酸可溶性Al: 0.028質量%、N: 0.007質量%、Mn: 0.1質量%、Se: 0.007質量%、及びB: 0.0014質量%を含有し、残部がFe及び不可避免的不純物からなり、厚さが40mmの珪素鋼スラブを得た。次いで、珪素鋼スラブを1200の温度で加熱し、1100で粗圧延を行って厚さを15mmとした。その後、1050～800の炉に一定時間保持した。続いて、仕上げ圧延を行って2.3mmの熱間圧延鋼帯を得た。そして、熱間圧延鋼帯を室温まで水冷し、析出物の調査を行った。この結果、粗圧延と仕上げ圧延との間に、1000～800の温度域に300秒間以上保持すると、良好な複合析出物が生じることが判明した。

10

#### 【0038】

##### (第3の実験)

第3の実験では、先ず、Si: 3.3質量%、C: 0.06質量%、酸可溶性Al: 0.026質量%、N: 0.009質量%、Mn: 0.05質量%～0.20質量%、S: 0.005質量%、Se: 0.007質量%、及びB: 0.0010質量%～0.0035質量%を含有し、残部がFe及び不可避免的不純物からなる種々の珪素鋼スラブを得た。次いで、珪素鋼スラブを1100～1250の温度で加熱し、熱間圧延を行った。熱間圧延では、粗圧延を1050で行った後、仕上げ圧延を1000で行って厚さが2.3mmの熱間圧延鋼帯を得た。そして、熱間圧延鋼帯に冷却水を噴射して550まで冷却し、その後、大気中で冷却した。続いて、熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが0.22mmの冷間圧延鋼帯を得た。その後、15/sの速度で冷間圧延鋼帯を加熱し、840の温度で脱炭焼鈍を行って脱炭焼鈍鋼帯を得た。続いて、脱炭焼鈍鋼帯をアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼帯中の窒素を0.022質量%まで増加させた。次いで、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、仕上げ焼鈍を行った。このようにして種々の試料を作製した。

20

#### 【0039】

そして、熱間圧延鋼帯中の析出物と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係を調査した。この結果を図8に示す。図8の横軸はMnSの析出量をSの量に換算した値とMnSeの析出量をSeの量に換算した値に0.5を乗じて得られる値との和(質量%)を示し、縦軸はBNの析出量をBに換算した値(質量%)を示す。また、白丸は磁束密度B<sub>8</sub>が1.88T以上であったことを示し、黒四角は磁束密度B<sub>8</sub>が1.88T未満であったことを示している。図8に示すように、MnS、MnSe及びBNの析出量が一定値未満の試料では、磁束密度B<sub>8</sub>が低かった。このことは、二次再結晶が不安定であったことを示す。

30

#### 【0040】

更に、BNとして析出していないBの量と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係を調査した。この結果を図9に示す。図9の横軸はB含有量(質量%)を示し、縦軸はBNの析出量をBに換算した値(質量%)を示す。また、白丸は磁束密度B<sub>8</sub>が1.88T以上であったことを示し、黒四角は磁束密度B<sub>8</sub>が1.88T未満であったことを示している。図9に示すように、BNとして析出していないBの量が一定値以上である試料では、磁束密度B<sub>8</sub>が低かった。このことは、二次再結晶が不安定であったことを示す。

40

#### 【0041】

更に、磁気特性が良好な試料について析出物の形態を調査した結果、MnS又はMnSeを核としてBNがMnS又はMnSeの周辺に複合析出していることが判明した。このような複合析出物が二次再結晶を安定化させるインヒビターとして有効である。

#### 【0042】

また、熱間圧延の条件と仕上げ焼鈍後の磁気特性との関係を調査した。この結果を図10に示す。図10の横軸はMn含有量(質量%)を示し、縦軸は熱間圧延時のスラブ加熱の温度( )を示す。また、白丸は磁束密度B<sub>8</sub>が1.88T以上であったことを示し、

50

黒四角は磁束密度  $B_8$  が  $1.88\text{ T}$  未満であったことを示している。また、図 10 中の 2 つの曲線は、式 (1) で表わされる  $\text{MnS}$  の溶体化温度  $T_1$  ( )、及び式 (2) で表わされる  $\text{MnSe}$  の溶体化温度  $T_2$  ( ) を示している。図 10 に示すように、 $\text{Mn}$  含有量に応じて定まる温度以下でスラブ加熱を行った試料において、高い磁束密度  $B_8$  が得られることが判明した。更に、この温度は、 $\text{MnS}$  の溶体化温度  $T_1$  及び  $\text{MnSe}$  の溶体化温度  $T_2$  とほぼ一致していることも判明した。つまり、スラブ加熱を、 $\text{MnS}$  及び  $\text{MnSe}$  が完全固溶しない温度域で行うことが有効であることが判明した。

#### 【0043】

更に、 $\text{MnS}$ 、 $\text{MnSe}$  及び  $\text{BN}$  の析出挙動を調査した結果、 $\text{BN}$  は  $\text{MnS}$  及び  $\text{MnSe}$  が存在する場合に、 $\text{MnS}$  及び  $\text{MnSe}$  を核として優先的に複合析出すること、及びその析出ノーズが  $800 \sim 1000$  であることが判明した。

10

#### 【0044】

また、本発明者らは、 $\text{BN}$  の析出に有効な条件について調査した。この調査では、先ず、 $\text{Si} : 3.3$  質量%、 $\text{C} : 0.06$  質量%、酸可溶性  $\text{Al} : 0.027$  質量%、 $\text{N} : 0.007$  質量%、 $\text{Mn} : 0.1$  質量%、 $\text{S} : 0.006$  質量%、 $\text{Se} : 0.008$  質量%、及び  $\text{B} : 0.0017$  質量% を含有し、残部が  $\text{Fe}$  及び不可避免的不純物からなり、厚さが  $40\text{ mm}$  の珪素鋼スラブを得た。次いで、珪素鋼スラブを  $1200$  の温度で加熱し、 $1100$  で粗圧延を行って厚さを  $15\text{ mm}$  とした。その後、 $1050 \sim 800$  の炉に一定時間保持した。続いて、仕上げ圧延を行って  $2.3\text{ mm}$  の熱間圧延鋼帯を得た。そして、熱間圧延鋼帯を室温まで水冷し、析出物の調査を行った。この結果、粗圧延と仕上げ圧延との間に、 $1000 \sim 800$  の温度域に  $300$  秒間以上保持すると、良好な複合析出物が生じることが判明した。

20

#### 【0045】

これらの第 1 ~ 第 3 の実験の結果から、 $\text{BN}$  の析出形態を制御することによって、安定して方向性電磁鋼板の磁気特性を向上させることができることがわかる。 $\text{B}$  が  $\text{BN}$  として  $\text{MnS}$  又は  $\text{MnSe}$  と複合析出しない場合に二次再結晶が不安定になって良好な磁気特性が得られない理由は今のところ明らかになっていないが、次のように考えられる。

#### 【0046】

一般的に、固溶状態の  $\text{B}$  は粒界に偏析しやすく、熱間圧延後に単独析出した  $\text{BN}$  は微細であることが多い。これらの固溶状態の  $\text{B}$  及び微細な  $\text{BN}$  は、脱炭焼鈍が行われる低温度域では強力なインヒビターとして一次再結晶時に粒成長を抑制し、仕上げ焼鈍が行われる高温域では局所的にインヒビターとして機能しなくなり、結晶粒組織が混粒組織となる。従って、低温度域では一次再結晶粒が小さいので、方向性電磁鋼板の磁束密度が低くなってしまふ。また、高温域では結晶粒組織が混粒組織となるため、二次再結晶が不安定になってしまう。

30

#### 【0047】

次に、これらの知見に基づきなされた本発明の実施形態について説明する。

#### 【0048】

先ず、珪素鋼素材の成分の限定理由について説明する。

#### 【0049】

本実施形態で用いる珪素鋼素材は、 $\text{Si} : 0.8$  質量% ~  $7$  質量%、酸可溶性  $\text{Al} : 0.01$  質量% ~  $0.065$  質量%、 $\text{N} : 0.004$  質量% ~  $0.012$  質量%、 $\text{Mn} : 0.05$  質量% ~  $1$  質量%、 $\text{S}$  及び  $\text{Se} : \text{総量で } 0.003$  質量% ~  $0.015$  質量%、並びに  $\text{B} : 0.0005$  質量% ~  $0.0080$  質量% を含有し、 $\text{C}$  含有量が  $0.085$  質量% 以下であり、残部が  $\text{Fe}$  及び不可避免的不純物からなる。

40

#### 【0050】

$\text{Si}$  は、電気抵抗を高めて鉄損を低下させる。しかし、 $\text{Si}$  含有量が  $7$  質量% を超えていると、冷間圧延が極めて困難となり、冷間圧延時に割れが生じやすくなる。このため、 $\text{Si}$  含有量は  $7$  質量% 以下とし、 $4.5$  質量% 以下であることが好ましく、 $4$  質量% 以下であることが更に好ましい。また、 $\text{Si}$  含有量が  $0.8$  質量% 未満であると、仕上げ焼鈍

50

時に 変態が生じ、方向性電磁鋼板の結晶方位が損なわれてしまう。このため、S i 含有量は0.8質量%以上とし、2質量%以上であることが好ましく、2.5質量%以上であることが更に好ましい。

#### 【0051】

Cは、一次再結晶組織を制御に有効な元素であるが、磁気特性に悪影響を及ぼす。このため、本実施形態では、仕上げ焼鈍（ステップS5）前に脱炭焼鈍を行う（ステップS4）。しかし、C含有量が0.085質量%を超えていると、脱炭焼鈍にかかる時間が長くなり、工業生産における生産性が損なわれてしまう。このため、C含有量は0.85質量%以下とし、0.07質量%以下であることが好ましい。

#### 【0052】

酸可溶性Alは、Nと結合して(Al、Si)Nとして析出し、インヒビターとして機能する。酸可溶性Alの含有量が0.01質量%～0.065質量%の範囲内にある場合に二次再結晶が安定する。このため、酸可溶性Alの含有量は0.01質量%以上0.065質量%以下とする。また、酸可溶性Alの含有量は0.02質量%以上であることが好ましく、0.025質量%以上であることが更に好ましい。また、酸可溶性Alの含有量は0.04質量%以下であることが好ましく、0.03質量%以下であることが更に好ましい。

#### 【0053】

Bは、Nと結合してBNとしてMnS又はMnSeと複合析出し、インヒビターとして機能する。B含有量が0.0005質量%～0.0080質量%の範囲内にある場合に二次再結晶が安定する。このため、B含有量は0.0005質量%以上0.0080質量%以下とする。また、B含有量は0.001%以上であることが好ましく、0.0015%以上であることが更に好ましい。また、B含有量は0.0040%以下であることが好ましく、0.0030%以下であることが更に好ましい。

#### 【0054】

Nは、B又はAlと結合してインヒビターとして機能する。N含有量が0.004質量%未満であると、十分な量のインヒビターを得ることができない。このため、N含有量は0.004質量%以上とし、0.006質量%以上であることが好ましく、0.007質量%以上であることが更に好ましい。一方、N含有量が0.012質量%を超えていると、冷間圧延時に鋼帯中にプリスターとよばれる空孔が生じる。このため、N含有量は0.012質量%以下とし、0.010質量%以下であることが好ましく、0.009質量%以下であることが更に好ましい。

#### 【0055】

Mn、S及びSeは、BNが複合析出する核となるMnS及びMnSeを生成し、複合析出物がインヒビターとして機能する。Mn含有量が0.05質量%～1質量%の範囲内にある場合に二次再結晶が安定する。このため、Mn含有量は0.05質量%以上1質量%以下とする。また、Mn含有量は0.08質量%以上であることが好ましく、0.09質量%以上であることが更に好ましい。また、Mn含有量は0.50質量%以下であることが好ましく、0.2質量%以下であることが更に好ましい。

#### 【0056】

また、S及びSeの含有量が総量で0.003質量%～0.015質量%の範囲内にある場合に二次再結晶が安定する。このため、S及びSeの含有量は総量で0.003質量%以上0.015質量%以下とする。また、熱間圧延における割れの発生を防止する観点から、下記式(5)が満たされることが好ましい。なお、S又はSeのいずれかのみが珪素鋼素材に含有されていてもよく、S及びSeの双方が含有されていてもよい。S及びSeの双方が含有されている場合、BNの析出をより安定的に促進し、磁気特性を安定的に向上させることができる。

$$[Mn]/([S]+[Se]) \geq 4 \quad \cdots (5)$$

#### 【0057】

Tiは、粗大なTiNを形成して、インヒビターとして機能するBN及び(Al、Si

10

20

30

40

50

）Nの析出量に影響を及ぼす。Ti含有量が0.004質量%を超えていると、良好な磁気特性を得にくい。このため、Ti含有量は0.004質量%以下であることが好ましい。

【0058】

珪素鋼素材に、更に、Cr、Cu、Ni、P、Mo、Sn、Sb、及びBiからなる群から選択された一種以上が下記の範囲で含有されていてもよい。

【0059】

Crは、脱炭焼鈍時に形成される酸化層を改善し、仕上げ焼鈍時におけるこの酸化層と焼鈍分離剤の主成分であるMgOとの反応に伴うガラス被膜の形成に有効である。しかし、Cr含有量が0.3質量%を超えていると、脱炭が著しく阻害される。このため、Cr含有量は0.3質量%以下とする。

10

【0060】

Cuは、比抵抗を高めて鉄損を低減させる。しかし、Cu含有量が0.4質量%を超えるとこの効果が飽和する。また、熱間圧延時に「銅ヘゲ」とよばれる表面疵が生じることもある。このため、Cu含有量は0.4質量%以下とした。

【0061】

Niは、比抵抗を高めて鉄損を低減させる。また、Niは、熱間圧延鋼帯の金属組織を制御して磁気特性を向上させる。しかし、Ni含有量が1質量%を超えていると、二次再結晶が不安定になる。このため、Ni含有量は1質量%以下とする。

【0062】

20

Pは、比抵抗を高めて鉄損を低減させる。しかし、P含有量が0.5質量%を超えていると、脆化に伴って冷間圧延時に破断が生じやすくなる。このため、P含有量は0.5質量%以下とする。

【0063】

Moは、熱間圧延時の表面性状を改善する。しかし、Mo含有量が0.1質量%を超えるとこの効果が飽和してしまう。このため、Mo含有量は0.1質量%以下とする。

【0064】

Sn及びSbは、粒界偏析元素である。本実施形態で用いられる珪素鋼素材はAlを含有しているため、仕上げ焼鈍の条件によっては焼鈍分離剤から放出される水分によりAlが酸化される場合がある。この場合、方向性電磁鋼板内の部位によってインヒビター強度にばらつきが生じ、磁気特性もばらつくことがある。しかし、粒界偏析元素が含有されている場合には、Alの酸化を抑制することができる。つまり、Sn及びSbは、Alの酸化を抑制して磁気特性のばらつきを抑制する。但し、Sn及びSbの含有量が総量で0.30質量%を超えていると、脱炭焼鈍時に酸化層が形成されにくくなり、仕上げ焼鈍時におけるこの酸化層と焼鈍分離剤の主成分であるMgOとの反応に伴うガラス被膜の形成が不十分となる。また、脱炭が著しく阻害される。このため、Sn及びSbの含有量は総量で0.3質量%以下とする。

30

【0065】

Biは、硫化物等の析出物を安定化してインヒビターとしての機能を強化する。しかし、Bi含有量が0.01質量%を超えていると、ガラス被膜の形成に悪影響が及ぶ。このため、Bi含有量は0.01質量%以下とする。

40

【0066】

次に、本実施形態における各処理について説明する。

【0067】

上記の成分の珪素鋼素材（スラブ）は、例えば、転炉又は電気炉等により鋼を溶製し、必要に応じて溶鋼を真空脱ガス処理し、次いで、連続鋳造を行うことによって作製することができる。また、連続鋳造に代えて、造塊後分塊圧延を行っても作製することができる。珪素鋼スラブの厚さは、例えば150mm～350mmとし、220mm～280mmとすることが好ましい。また、厚さが30mm～70mmの所謂薄スラブを作製してもよい。薄スラブを作製した場合は、熱間圧延鋼帯を得る際の粗圧延を省略することができる

50

。

## 【0068】

珪素鋼スラブの作製後には、スラブ加熱を行い、熱間圧延（ステップS1）を行う。そして、本実施形態では、BNをMnS及び/又はMnSeと複合析出させ、熱間圧延鋼帯におけるBN、MnS、及びMnSeの析出量が下記式（6）～（8）を満たすように、スラブ加熱及び熱間圧延の条件を設定することが好ましい。

$$B_{asBN} = 0.0005 \cdots (6)$$

$$[B] - B_{asBN} = 0.001 \cdots (7)$$

$$S_{asMnS} + 0.5 \times Se_{asMnSe} = 0.002 \cdots (8)$$

ここで、「 $B_{asBN}$ 」はBNとして析出したBの量（質量％）を示し、「 $S_{asMnS}$ 」はMnSとして析出したSの量（質量％）を示し、「 $Se_{asMnSe}$ 」はMnSeとして析出したSeの量（質量％）を示している。

10

## 【0069】

Bについては、式（6）及び式（7）が満たされるように、その析出量及び固溶量を制御することが好ましい。インヒビターの量を確保するためには、一定量以上のBNを析出させておくことが好ましい。また、固溶しているBの量が多い場合、その後の工程で不安定な微細析出物を形成して一次再結晶組織に悪影響を及ぼすことがある。

## 【0070】

MnS及びMnSeは、BNが複合析出する核として機能する。従って、BNを十分に析出させて磁気特性を向上させるために、式（8）が満たされるように、その析出量を制御することが好ましい。

20

## 【0071】

式（7）に表わされる条件は、図3、図6、及び図9から導き出したものである。図3、図6、及び図9から、 $[B] - B_{asBN}$ が0.001質量％以下の場合に、磁束密度B8が1.88T以上の良好な磁束密度が得られることがわかる。

## 【0072】

式（6）及び式（8）に表わされる条件は、図2、図5、及び図8から導き出したものである。図2から $B_{asBN}$ が0.0005質量％以上、かつ $S_{asMnS}$ が0.002質量％以上の場合に、磁束密度B8が1.88T以上の良好な磁束密度が得られることがわかる。同様に、図5から $B_{asBN}$ が0.0005質量％以上、かつ $Se_{asMnSe}$ が0.004質量％以上の場合に、磁束密度B8が1.88T以上の良好な磁束密度が得られることがわかる。同様に、図8から $B_{asBN}$ が0.0005質量％以上、かつ $Se_{asMnSe} + 0.5 \times Se_{asMnSe}$ が0.002質量％以上の場合に、磁束密度B8が1.88T以上の良好な磁束密度が得られることがわかる。そして、 $S_{asMnS}$ が0.002質量％以上であれば、必然的に、 $Se_{asMnSe} + 0.5 \times Se_{asMnSe}$ は0.002質量％以上となり、 $Se_{asMnSe}$ が0.004質量％以上であれば、必然的に、 $Se_{asMnSe} + 0.5 \times Se_{asMnSe}$ は0.002質量％以上となる。従って、 $Se_{asMnSe} + 0.5 \times Se_{asMnSe}$ が0.002質量％以上であることが好ましい。

30

## 【0073】

また、熱間圧延では、十分な量のBNを析出させるために、図11に示すように、その途中に、1000～800の温度域で300秒間以上保持することが必要である。保持温度が800未満であると、B及びNの拡散速度が小さく、BNの析出に要する時間が長くなる。一方、保持温度が1000を超えていると、BNが溶けやすくなり、BNの析出量が十分でなく、高い磁束密度が得られない。また、保持時間が300秒間未満であると、B及びNが拡散する距離が短く、BNの析出量が不十分となる。

40

## 【0074】

1000～800の温度域に保持する方法は特に限定するものではない。例えば、次の方法が有効である。まず、粗圧延を行い、鋼帯をコイル状に巻き取る。次いで、コイルボックス等の設備で保持又は徐冷する。その後、鋼帯を巻き戻しながら、1000～

50

800 の温度域で仕上げ圧延する。

【0075】

MnS及び/又はMnSeを析出させる方法も特に限定するものではない。例えば、スラブ加熱の温度を以下の条件を満たすように設定することが好ましい。

(i) 珪素鋼スラブにS及びSeが含有されている場合

式(1)で表される温度T1( )以下、式(2)で表される温度T2( )以下

(ii) 珪素鋼スラブにSeが含有されていない場合

式(1)で表される温度T1( )以下

(iii) 珪素鋼スラブにSが含有されていない場合

式(2)で表される温度T2( )以下

$$T1=14855/(6.82-\log([Mn] \times [S]))-273 \quad \dots (1)$$

$$T2=10733/(4.08-\log([Mn] \times [Se]))-273 \quad \dots (2)$$

【0076】

このような温度でスラブ加熱を行うと、スラブ加熱時にはMnS及びMnSeが完全には固溶せず、熱間圧延中にMnS及びMnSeの析出が促進されるからである。図4、図7、及び図10からわかるように、溶体化温度T1及びT2は、1.88T以上の磁束密度B8が得られるスラブ加熱温度の上限とほぼ一致している。

【0077】

また、スラブ加熱の温度を以下の条件も満たすように設定することが更に好ましい。スラブ加熱中に、好ましい量のMnS又はMnSeを析出させるためである。

(i) 珪素鋼スラブにSeが含有されていない場合

下記式(9)で表される温度T3( )以下

(ii) 珪素鋼スラブにSが含有されていない場合

下記式(10)で表される温度T4( )以下

$$T3=14855/(6.82-\log(( [Mn]-0.0034) \times ([S]-0.002) ))-273 \quad \dots (9)$$

$$T4=10733/(4.08-\log(( [Mn]-0.0028) \times ([Se]-0.004) ))-273 \quad \dots (10)$$

【0078】

スラブ加熱の温度が高すぎる場合、MnS及び/又はMnSeが完全に固溶することがある。この場合、熱間圧延時にMnS及び/又はMnSeを析出させることが困難になる。従って、スラブ加熱は、温度T1及び/又は温度T2以下で行うことが好ましい。更に、スラブ加熱の温度が温度T3又はT4以下であると、好ましい量のMnS又はMnSeがスラブ加熱中に析出するため、これらの周辺にBNを複合析出させて、容易に有効なインヒビターを形成することが可能となる。

【0079】

熱間圧延(ステップS1)後には、熱間圧延鋼帯の焼鈍を行う(ステップS2)。次いで、冷間圧延を行う(ステップS3)。上記のように、冷間圧延は1回のみ行ってもよく、複数回の冷間圧延を、間に中間焼鈍を行いながら行ってもよい。冷間圧延では、最終冷間圧延率を80%以上とすることが好ましい。これは、良好な一次再結晶集合組織を発達させるためである。

【0080】

その後、脱炭焼鈍を行う(ステップS4)。この結果、鋼帯に含まれるCが除去される。脱炭焼鈍は、例えば、湿潤雰囲気中で行う。また、例えば、770 ~ 950 の温度域で一次再結晶により得られる結晶粒径が15 µm以上となるような時間で行うことが好ましい。これは、良好な磁気特性を得るためである。続いて、焼鈍分離剤の塗布及び仕上げ焼鈍を行う(ステップS5)。この結果、二次再結晶により{110}<001>方位を向く結晶粒が優先的に成長する。

【0081】

また、脱炭焼鈍の開始から仕上げ焼鈍における二次再結晶の発現までの間に、窒化処理を行っておく(ステップS6)。これは、(Al, Si)Nのインヒビターを形成するためである。この窒化処理は、脱炭焼鈍(ステップS4)中に行ってもよく、仕上げ焼鈍(

10

20

30

40

50

ステップS5)中に行ってもよい。脱炭焼鈍中に行う場合、例えばアンモニア等の窒化能のあるガスを含有する雰囲気中で焼鈍を行えばよい。また、連続焼鈍炉の加熱帯又は均熱帯のいずれで窒化処理を行ってもよく、また、均熱帯よりも後の段階で窒化処理を行ってもよい。仕上げ焼鈍中に窒化処理を行う場合、例えばMnN等の窒化能のある粉末を焼鈍分離剤中に添加すればよい。

#### 【0082】

二次再結晶をより安定的に行わせるためには、窒化処理(ステップS6)における窒化の程度を調整して、窒化処理後の鋼帯中の(A1, Si)Nの組成を調整することが望ましい。例えば、A1含有量及びB含有量、並びに不可避免的に存在するTiの含有量に応じて、下記式(3)が満たされるように、窒化の程度を制御することが好ましく、下記式(4)が満たされるように制御することが更に好ましい。式(3)及び式(4)は、Bをインヒビターとして有効なBNとして固定するために好ましいNの量、並びにA1をインヒビターとして有効なA1N又は(A1, Si)Nとして固定するために好ましいNの量を示している。

$$[N] = 14/27[Al] + 14/11[B] + 14/47[Ti] \quad \dots (3)$$

$$[N] = 2/3[Al] + 14/11[B] + 14/47[Ti] \quad \dots (4)$$

ここで、[N]は前記窒化処理後の鋼帯のN含有量(質量%)を示し、[A1]は窒化処理後の鋼帯の酸可溶性A1含有量(質量%)を示し、[B]は窒化処理後の鋼帯のB含有量(質量%)を示し、[Ti]は窒化処理後の鋼帯のTi含有量(質量%)を示す。

#### 【0083】

仕上げ焼鈍(ステップS5)の方法も特に限定するものではない。但し、本実施形態では、BNによりインヒビターが強化されているので、仕上げ焼鈍の加熱過程において、少なくとも1000～1100の温度域での加熱速度を15/h以下とすることが好ましい。また、加熱速度の制御に代えて、少なくとも1000～1100の温度域の所定の温度で10h以上恒温焼鈍を行うことも有効である。

#### 【0084】

このような本実施形態によれば、安定して優れた磁気特性の方向性電磁鋼板を製造することができる。

#### 【実施例】

#### 【0085】

次に、本発明者らが行った実験について説明する。これらの実験における条件等は、本発明の実施可能性及び効果を確認するために採用した例であり、本発明は、これらの例に限定されるものではない。

#### 【0086】

(第4の実験)

第4の実験では、Seが含有されていない場合のB含有量の影響を確認した。

#### 【0087】

第4の実験では、まず、Si:3.3質量%、C:0.06質量%、酸可溶性Al:0.028質量%、N:0.008質量%、Mn:0.1質量%、S:0.006質量%、及び表1に示す量のB(0質量%～0.005質量%)を含有し、残部がFe及び不可避免の不純物からなるスラブを作製した。次いで、スラブを1180で加熱し、熱間圧延を行った。熱間圧延では、1100で粗圧延を行った後、950に300秒間、保持する焼鈍を行い、その後、900で仕上げ圧延を行った。このようにして厚さが2.3mmの熱間圧延鋼帯を得た。続いて、1100で熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが0.22mmの冷間圧延鋼帯を得た。その後、830の湿潤雰囲気ガス中で100秒間、脱炭焼鈍を行って脱炭焼鈍鋼帯を得た。続いて、脱炭焼鈍鋼帯をアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼帯中の窒素を0.024質量%まで増加させた。次いで、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、15/hの速度で1200まで加熱して仕上げ焼鈍を行った。そして、仕上げ焼鈍後の磁気特性(磁束密度B8)を測定した。磁気特性(磁束密度B8)は、JIS C2556に準じて測定した。この結果



を表 1 に示す。  
【 0 0 8 8 】

【 表 1 】

表 1

【 0 0 8 9 】

	No.	B含有量 (質量%)	スラブ加熱			熱間圧延		窒化処理			析出物			磁気特性
			加熱温度 (°C)	T1 (°C)	T3 (°C)	保持温度 (°C)	保持時間 (°C)	N含有量 (質量%)	式(3)の 右辺	式(4)の 右辺	B <sub>asBN</sub> (質量%)	[B]-B <sub>asBN</sub> (質量%)	S <sub>asMnS</sub> (質量%)	
比較例	1A	0	1180	1206	1179	950	300	0.024	0.015	0.019	0	0	0.005	1.904
	1B	0.0008	1180	1206	1179	950	300	0.024	0.016	0.020	0.0008	0	0.005	1.918
	1C	0.0019	1180	1206	1179	950	300	0.024	0.017	0.021	0.0018	0	0.005	1.926
	1D	0.0031	1180	1206	1179	950	300	0.024	0.019	0.023	0.0031	0	0.005	1.925
	1E	0.0045	1180	1206	1179	950	300	0.024	0.020	0.024	0.0043	0.0002	0.005	1.923
実施例														

10

20

30

40

50

表 1 に示すように、スラブが B を含まない比較例 No. 1 A では、磁束密度が低かったが、スラブが適当な量の B を含む実施例 No. 1 B ~ No. 1 E では、良好な磁束密度が得られた。

【 0 0 9 0 】

( 第 5 の実験 )

第 5 の実験では、S e が含有されていない場合の M n 含有量及びスラブ加熱温度の影響を確認した。

【 0 0 9 1 】

第 5 の実験では、先ず、S i : 3 . 3 質量 %、C : 0 . 0 6 質量 %、酸可溶性 A l : 0 . 0 2 8 質量 %、N : 0 . 0 0 7 質量 %、S : 0 . 0 0 7 質量 %、B : 0 . 0 0 1 5 質量 %、及び表 2 に示す量の M n ( 0 . 0 5 質量 % ~ 0 . 2 質量 % ) を含有し、残部が F e 及び不可避免的不純物からなるスラブを作製した。次いで、スラブを 1 2 0 0 で加熱し、熱間圧延を行った。熱間圧延では、一部の試料 ( 実施例 No. 2 A 1 ~ No. 2 A 4 ) では、1 1 0 0 で粗圧延を行った後、1 0 0 0 に 5 0 0 秒間、保持する焼鈍を行い、その後に、仕上げ圧延を行った。このようにして厚さが 2 . 3 m m の熱間圧延鋼帯を得た。また、他の一部の試料 ( 比較例 No. 2 B 1 ~ No. 2 B 4 ) では、1 1 0 0 で粗圧延を行った後、焼鈍を行うことなく 1 0 2 0 で仕上げ圧延を行った。このようにして厚さが 2 . 3 m m の熱間圧延鋼帯を得た。続いて、1 1 0 0 で熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが 0 . 2 2 m m の冷間圧延鋼帯を得た。その後、8 3 0 の湿潤雰囲気ガス中で 1 0 0 秒間、脱炭焼鈍を行って脱炭焼鈍鋼帯を得た。続いて、脱炭焼鈍鋼帯をアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼帯中の窒素を 0 . 0 2 2 質量 % まで増加させた。次いで、M g O を主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、1 5 / h の速度で 1 2 0 0 まで加熱して仕上げ焼鈍を行った。そして、第 4 の実験と同様にして、磁気特性 ( 磁束密度 B 8 ) を測定した。この結果を表 2 に示す。

【 0 0 9 2 】

10

20

【表 2】

	No.	Mn含有量 (質量%)	スラブ加熱		熱間圧延		窒化処理	析出物			磁気特性
			加熱温度 (°C)	保持温度 (°C)	保持時間 (°C)	N含有量 (質量%)		B <sub>asBN</sub> (質量%)	[B]-B <sub>asBN</sub> (質量%)	S <sub>asMnS</sub> (質量%)	
実施例	2A1	0.05	1200	1000	500	0.022	0.0008	0.0007	0.0022	1.890	
	2A2	0.10	1200	1000	500	0.022	0.0010	0.0006	0.0025	1.925	
	2A3	0.14	1200	1000	500	0.022	0.0012	0.0007	0.0038	1.929	
	2A4	0.20	1200	1000	500	0.022	0.0013	0.0007	0.0053	1.924	
比較例	2B1	0.05	1200	-	-	0.022	0.0003	0.0012	0.0060	1.683	
	2B2	0.10	1200	-	-	0.022	0.0004	0.0011	0.0018	1.743	
	2B3	0.14	1200	-	-	0.022	0.0004	0.0011	0.0034	1.750	
	2B4	0.20	1200	-	-	0.022	0.0004	0.0011	0.0045	1.773	

表2

【0093】

表2に示すように、熱間圧延の中間段階で所定温度に保持した実施例No. 2A1～No. 2A4では、良好な磁束密度が得られたが、このような保持を行わなかった比較例No. 2B1～No. 2B4では、磁束密度が低かった。

【0094】

(第6の実験)

第6の実験では、Seが含有されていない場合の熱間圧延での保持温度及び保持時間の影響を確認した。

【0095】

第6の実験では、まず、Si: 3.3質量%、C: 0.06質量%、酸可溶性Al: 0.028質量%、N: 0.006質量%、Mn: 0.12質量%、S: 0.006質量%

10

20

30

40

50

、及び B : 0 . 0 0 1 5 質量%を含有し、残部が F e 及び不可避的不純物からなるスラブを作製した。次いで、スラブを 1 2 0 0 ℃ で加熱した。その後、スラブを 1 0 5 0 ℃ ~ 7 0 0 ℃ に 1 0 0 秒間 ~ 5 0 0 秒間、保持する焼鈍を行い、その後に、仕上げ焼鈍を行った。このようにして厚さが 2 . 3 mm の熱間圧延鋼帯を得た。続いて、1 1 0 0 ℃ で熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが 0 . 2 2 mm の冷間圧延鋼帯を得た。その後、8 3 0 ℃ の湿潤雰囲気ガス中で 1 0 0 秒間、脱炭焼鈍を行って脱炭焼鈍鋼帯を得た。続いて、脱炭焼鈍鋼帯をアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼帯中の窒素を 0 . 0 2 1 質量%まで増加させた。次いで、M g O を主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、1 5 ℃ / h の速度で 1 2 0 0 ℃ まで加熱して仕上げ焼鈍を行った。そして、第 4 の実験と同様にして、磁気特性（磁束密度 B 8 ）を測定した。この結果を表 3 に示す。

10

【 0 0 9 6 】

【表 3】

表3

	No.	スラブ加熱			熱間圧延		窒化処理	析出物			磁気特性
		加熱温度 (°C)	T1 (°C)	T3 (°C)	保持温度 (°C)	保持時間 (°C)		B <sub>asBN</sub> (質量%)	[B]-B <sub>asBN</sub> (質量%)	S <sub>asMnS</sub> (質量%)	
比較例	3A	1200	1206	1190	1050	500	0.021	0.0003	0.0012	0.0024	1.756
	3B	1200	1206	1190	1000	500	0.021	0.0008	0.0007	0.0026	1.920
	3C	1200	1206	1190	900	500	0.021	0.0012	0.0003	0.0022	1.927
	3D	1200	1206	1190	800	500	0.021	0.0011	0.0004	0.0021	1.925
実施例	3E	1200	1206	1190	700	500	0.021	0.0004	0.0011	0.0017	1.742
	3F	1200	1206	1190	900	100	0.021	0.0004	0.0011	0.0021	1.795
	3G	1200	1206	1190	800	100	0.021	0.0003	0.0012	0.0018	1.753

## 【0097】

表3に示すように、熱間圧延の中間段階で所定温度に所定時間保持した実施例No. 3B～No. 3Dでは、良好な磁束密度が得られた。しかし、保持する温度又は保持する時間が本発明範囲から外れる比較例No. 3A及びNo. 3E～No. 3Gでは、磁束密度が低かった。

## 【0098】

(第7の実験)

第7の実験では、Seが含有されていない場合の窒化処理後のN含有量の影響を確認した。

## 【 0 0 9 9 】

第7の実験では、先ず、Si : 3.3 質量%、C : 0.06 質量%、酸可溶性 Al : 0.028 質量%、N : 0.006 質量%、Mn : 0.15 質量%、S : 0.006 質量%、及び B : 0.002 質量%を含有し、不純物である Ti の含有量が 0.0014 質量%であり、残部が Fe 及び不可避免の不純物からなるスラブを作製した。次いで、スラブを 1200 で加熱した。その後、スラブを 950 に 300 秒間、保持する焼鈍を行い、その後に、仕上げ圧延を行った。このようにして厚さが 2.3 mm の熱間圧延鋼帯を得た。続いて、1100 で熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが 0.22 mm の冷間圧延鋼帯を得た。その後、830 の湿潤雰囲気ガス中で 100 秒間、脱炭焼鈍を行って脱炭焼鈍鋼帯を得た。続いて、脱炭焼鈍鋼帯をアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼帯中の窒素を 0.012 質量% ~ 0.022 質量%まで増加させた。次いで、MgO を主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、15 / h の速度で 1200 まで加熱して仕上げ焼鈍を行った。そして、第4の実験と同様にして、磁気特性（磁束密度 B<sub>8</sub>）を測定した。この結果を表4に示す。

## 【 0 1 0 0 】

【表 4】

表4

	No.	スラブ加熱			熱間圧延		窒化処理			析出物			磁気特性 磁束密度 B8 (T)
		加熱温度 (°C)	T1 (°C)	T3 (°C)	保持温度 (°C)	保持時間 (°C)	N含有量 (質量%)	式(3)の 右辺	式(4)の 右辺	B <sub>asBN</sub> (質量%)	[B]-B <sub>asBN</sub> (質量%)	S <sub>asMnS</sub> (質量%)	
実施例	4A	1200	1233	1205	950	300	0.012	0.018	0.022	0.0017	0.0003	0.0034	1.882
	4B	1200	1233	1205	950	300	0.018	0.018	0.022	0.0017	0.0003	0.0034	1.914
	4C	1200	1233	1205	950	300	0.022	0.018	0.022	0.0017	0.0003	0.0034	1.920

【 0 1 0 1 】

表4に示すように、窒化処理後のN含有量が式(3)の関係及び式(4)の関係を満たす実施例No. 4Cでは、特に良好な磁束密度が得られた。一方、式(3)の関係を満た

10

20

30

40

50



すが式(4)の関係を満たさない実施例No. 4 Bでは、実施例No. 4 Cよりも磁束密度が若干低かった。また、式(3)の関係及び式(4)の関係を満たさない実施例No. 4 Aでは、実施例No. 4 Bよりも磁束密度が若干低かった。

【0102】

(第8の実験)

第8の実験では、Seが含有されていない場合のスラブの成分の影響を確認した。

【0103】

第8の実験では、先ず、表5に示す成分を含有し、残部がFe及び不可避免の不純物からなるスラブを作製した。次いで、スラブを1200℃で加熱した。その後、スラブを950℃に300秒間、保持する焼鈍を行い、その後に、仕上げ圧延を行った。このようにして厚さが2.3mmの熱間圧延鋼帯を得た。続いて、1100℃で熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが0.22mmの冷間圧延鋼帯を得た。その後、860℃のアンモニア含有湿潤雰囲気ガス中で100秒間、脱炭焼鈍を行ってN含有量が0.023質量%の脱炭焼鈍鋼帯を得た。次いで、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、15℃/hの速度で1200℃まで加熱して仕上げ焼鈍を行った。そして、第4の実験と同様にして、磁気特性(磁束密度B<sub>8</sub>)を測定した。この結果を表5に示す。

【0104】

【表 5】

表5

	No.	珪素鋼素材の組成 (質量%)														磁気特性	
		Si	C	Al	N	Mn	S	B	Cr	Cu	Ni	P	Mo	Sn	Sb	Bi	磁束密度 B8 (T)
実施例	5A	3.3	0.06	0.028	0.008	0.1	0.006	0.002	-	-	-	-	-	-	-	-	1.917
	5B	3.2	0.06	0.027	0.007	0.1	0.007	0.002	0.15	-	-	-	-	-	-	-	1.915
	5C	3.4	0.06	0.025	0.008	0.1	0.008	0.0020	-	0.2	-	-	-	-	-	-	1.926
	5D	3.3	0.06	0.027	0.008	0.1	0.006	0.0020	-	-	0.1	-	-	-	-	-	1.927
	5E	3.3	0.06	0.024	0.007	0.1	0.006	0.0020	-	-	0.4	-	-	-	-	-	1.923
	5F	3.3	0.06	0.027	0.009	0.1	0.007	0.0020	-	-	1.0	-	-	-	-	-	1.883
	5G	3.4	0.06	0.028	0.007	0.1	0.007	0.0020	-	-	-	0.03	-	-	-	-	1.920
	5H	3.2	0.06	0.027	0.008	0.1	0.006	0.0020	-	-	-	-	0.005	-	-	-	1.919
	5I	3.3	0.06	0.028	0.008	0.1	0.007	0.0020	-	-	-	-	-	0.04	-	-	1.922
	5J	3.3	0.06	0.025	0.008	0.1	0.006	0.0020	-	-	-	-	-	-	0.04	-	1.928
	5K	3.3	0.06	0.024	0.009	0.1	0.008	0.0020	-	-	-	-	-	-	-	0.003	1.930
	5L	3.2	0.06	0.030	0.008	0.1	0.006	0.0020	0.1	-	-	0.03	-	0.06	-	-	1.929
	5M	3.8	0.06	0.027	0.008	0.1	0.007	0.0020	0.05	0.15	0.05	0.02	-	0.04	-	-	1.926
	5N	3.3	0.06	0.028	0.006	0.1	0.006	0.0020	0.08	-	-	-	0.003	0.05	-	0.001	1.919
	5O	2.8	0.06	0.022	0.008	0.1	0.006	0.0020	-	-	-	-	-	-	-	-	1.936
比較例	5P	3.3	0.06	0.035	0.007	0.1	0.002	0.0020	-	-	-	-	-	-	-	-	1.593

【 0 1 0 5 】

表 5 に示すように、適切な組成のスラブを用いた実施例 No. 5A ~ No. 5O では、

10

20

30

40

50

良好な磁束密度が得られたが、S含有量が本発明範囲の下限未満の比較例No. 5 Pでは、磁束密度が低かった。

【0106】

(第9の実験)

第9の実験では、Sが含有されていない場合のB含有量の影響を確認した。

【0107】

第9の実験では、まず、Si : 3.2質量%、C : 0.06質量%、酸可溶性Al : 0.027質量%、N : 0.008質量%、Mn : 0.12質量%、Se : 0.008質量%、及び表6に示す量のB (0質量% ~ 0.0043質量%) を含有し、残部がFe及び不可避的不純物からなるスラブを作製した。次いで、スラブを1180 で加熱し、熱間圧延を行った。熱間圧延では、1100 で粗圧延を行った後、950 に300秒間、保持する焼鈍を行い、その後に、900 で仕上げ圧延を行った。このようにして厚さが2.3mmの熱間圧延鋼帯を得た。続いて、1100 で熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが0.22mmの冷間圧延鋼帯を得た。その後、830の湿潤雰囲気ガス中で100秒間、脱炭焼鈍を行って脱炭焼鈍鋼帯を得た。続いて、脱炭焼鈍鋼帯をアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼帯中の窒素を0.024質量%まで増加させた。次いで、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、15 / hの速度で1200 まで加熱して仕上げ焼鈍を行った。そして、第4の実験と同様にして、磁気特性(磁束密度B8)を測定した。この結果を表6に示す。

【0108】

10

20

【表 6】

表 6

	No.	B含有量 (質量%)	スラブ加熱			熱間圧延		窒化処理			析出物			磁気特性 磁束密度 B8 (T)
			加熱温度 (°C)	T2 (°C)	T4 (°C)	保持温度 (°C)	保持時間 (°C)	N含有量 (質量%)	式(3)の 右辺	式(4)の 右辺	B <sub>asBN</sub> (質量%)	[B]-B <sub>asBN</sub> (質量%)	Se <sub>asMnSe</sub> (質量%)	
比較例  実施例	6A	0	1180	1239	1176	950	300	0.024	0.014	0.018	0	0	0.0044	1.894
	6B	0.0009	1180	1239	1176	950	300	0.024	0.0151	0.0191	0.0008	0.0001	0.0043	1.917
	6C	0.0017	1180	1239	1176	950	300	0.024	0.0162	0.0202	0.0015	0.0002	0.0045	1.931
	6D	0.0029	1180	1239	1176	950	300	0.024	0.0177	0.0217	0.0025	0.0004	0.0046	1.927
	6E	0.0043	1180	1239	1176	950	300	0.024	0.0195	0.0235	0.0039	0.0004	0.0045	1.924

表 6 に示すように、スラブが B を含まない比較例 No. 6 A では、磁束密度が低かったが、スラブが適当な量の B を含む実施例 No. 6 B ~ No. 6 E では、良好な磁束密度が得られた。

【 0 1 1 0 】

( 第 1 0 の実験 )

第 1 0 の実験では、S が含有されていない場合の Mn 含有量及びスラブ加熱温度の影響を確認した。

【 0 1 1 1 】

第 1 0 の実験では、先ず、Si : 3 . 3 質量 %、C : 0 . 0 6 質量 %、酸可溶性 Al : 0 . 0 2 6 質量 %、N : 0 . 0 0 7 質量 %、Se : 0 . 0 0 9 質量 %、B : 0 . 0 0 1 5 質量 %、及び表 7 に示す量の Mn ( 0 . 1 質量 % ~ 0 . 2 1 質量 % ) を含有し、残部が Fe 及び不可避免の不純物からなるスラブを作製した。次いで、スラブを 1 2 0 0 で加熱し、熱間圧延を行った。熱間圧延では、一部の試料 ( 実施例 No. 7 A 1 ~ No. 7 A 3 ) では、1 1 0 0 で粗圧延を行った後、1 0 0 0 に 5 0 0 秒間、保持する焼鈍を行い、その後に、仕上げ圧延を行った。このようにして厚さが 2 . 3 mm の熱間圧延鋼帯を得た。また、他の一部の試料 ( 比較例 No. 7 B 1 ~ No. 7 B 3 ) では、1 1 0 0 で粗圧延を行った後、焼鈍を行うことなく 1 0 2 0 で仕上げ圧延を行った。このようにして厚さが 2 . 3 mm の熱間圧延鋼帯を得た。続いて、1 1 0 0 で熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが 0 . 2 2 mm の冷間圧延鋼帯を得た。その後、8 3 0 の湿潤雰囲気ガス中で 1 0 0 秒間、脱炭焼鈍を行って脱炭焼鈍鋼帯を得た。続いて、脱炭焼鈍鋼帯をアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼帯中の窒素を 0 . 0 2 2 質量 % まで増加させた。次いで、MgO を主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、1 5 / h の速度で 1 2 0 0 まで加熱して仕上げ焼鈍を行った。そして、第 4 の実験と同様にして、磁気特性 ( 磁束密度 B 8 ) を測定した。この結果を表 7 に示す。

【 0 1 1 2 】

10

20

【表 7】

表 7

	No.	Mn含有量 (質量%)	スラブ加熱		熱間圧延		窒化処理 N含有量 (質量%)	析出物			磁気特性 磁束密度 B8 (T)
			加熱温度 (°C)	保持温度 (°C)	保持時間 (°C)	B <sub>asBN</sub> (質量%)		[B]-B <sub>asBN</sub> (質量%)	Se <sub>asMnSe</sub> (質量%)		
実施例	7A1	0.10	1200	100	500	0.022	0.022	0.001	0.0006	0.0025	1.901
	7A2	0.15	1200	100	500	0.022	0.022	0.0012	0.0007	0.0038	1.927
	7A3	0.21	1200	100	500	0.022	0.022	0.0013	0.0007	0.0053	1.930
比較例	7B1	0.10	1200	-	-	0.022	0.022	0.0004	0.0011	0.0018	1.736
	7B2	0.15	1200	-	-	0.022	0.022	0.0004	0.0011	0.0034	1.752
	7B3	0.21	1200	-	-	0.022	0.022	0.0004	0.0011	0.0045	1.776

10

20

30

40

## 【0113】

表 7 に示すように、熱間圧延の中間段階で所定温度に保持した実施例 No. 7A1 ~ No. 7A3 では、良好な磁束密度が得られたが、このような保持を行わなかった比較例 No. 7B1 ~ No. 7B3 では、磁束密度が低かった。

## 【0114】

(第 11 の実験)

第 11 の実験では、S が含有されていない場合の熱間圧延での保持温度及び保持時間の影響を確認した。

## 【0115】

第 11 の実験では、まず、Si : 3.2 質量%、C : 0.06 質量%、酸可溶性 Al :

50

0.027質量%、N：0.006質量%、Mn：0.12質量%、Se：0.008質量%、及びB：0.0017質量%を含有し、残部がFe及び不可避免の不純物からなるスラブを作製した。次いで、スラブを1200℃で加熱した。その後、スラブを1050℃～700℃に100秒間～500秒間、保持する焼鈍を行い、その後に、仕上げ焼鈍を行った。このようにして厚さが2.3mmの熱間圧延鋼帯を得た。続いて、1100℃で熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが0.22mmの冷間圧延鋼帯を得た。その後、830℃の湿潤雰囲気ガス中で100秒間、脱炭焼鈍を行って脱炭焼鈍鋼帯を得た。続いて、脱炭焼鈍鋼帯をアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼帯中の窒素を0.021質量%まで増加させた。次いで、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、15℃/hの速度で1200℃まで加熱して仕上げ焼鈍を行った。そして、第4の実験と同様にして、磁気特性（磁束密度B<sub>8</sub>）を測定した。この結果を表8に示す。

【0116】

【表 8】

	No.	スラブ加熱			熱間圧延		窒化処理 N含有量 (質量%)	析出物			磁気特性 磁束密度 B8 (T)
		加熱温度 (°C)	T2 (°C)	T4 (°C)	保持温度 (°C)	保持時間 (°C)		B <sub>asBN</sub> (質量%)	[B]-B <sub>asBN</sub> (質量%)	Se <sub>asMnSe</sub> (質量%)	
比較例	8A	1200	1239	1176	1050	500	0.021	0.0003	0.0014	0.0033	1.735
	8B	1200	1239	1176	1000	500	0.021	0.0009	0.0008	0.0042	1.925
	8C	1200	1239	1176	900	500	0.021	0.0013	0.0004	0.0044	1.929
実施例	8D	1200	1239	1176	800	500	0.021	0.0011	0.0006	0.0043	1.923
	8E	1200	1239	1176	700	500	0.021	0.0003	0.0014	0.0032	1.777
	8F	1200	1239	1176	900	100	0.021	0.0004	0.0013	0.0035	1.740
比較例	8G	1200	1239	1176	800	100	0.021	0.0003	0.0014	0.0034	1.736

表8

## 【0117】

表8に示すように、熱間圧延の中間段階で所定温度に所定時間保持した実施例No. 8B～No. 8Dでは、良好な磁束密度が得られた。しかし、保持する温度又は保持する時間が本発明範囲から外れる比較例No. 8A及びNo. 8E～No. 8Gでは、磁束密度が低かった。

## 【0118】

(第12の実験)

第12の実験では、Sが含有されていない場合の窒化処理後のN含有量の影響を確認した。



## 【 0 1 1 9 】

第 1 2 の実験では、先ず、S i : 3 . 3 質量 %、C : 0 . 0 6 質量 %、酸可溶性 A l : 0 . 0 2 7 質量 %、N : 0 . 0 0 8 質量 %、M n : 0 . 1 2 質量 %、S e : 0 . 0 0 7 質量 %、及び B : 0 . 0 0 1 6 質量 % を含有し、不純物である T i の含有量が 0 . 0 0 1 3 質量 % であり、残部が F e 及び不可避免的不純物からなるスラブを作製した。次いで、スラブを 1 1 8 0 で加熱した。その後、スラブを 9 5 0 に 3 0 0 秒間、保持する焼鈍を行い、その後に、仕上げ圧延を行った。このようにして厚さが 2 . 3 m m の熱間圧延鋼帯を得た。続いて、1 1 0 0 で熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが 0 . 2 2 m m の冷間圧延鋼帯を得た。その後、8 3 0 の湿潤雰囲気ガス中で 1 0 0 秒間、脱炭焼鈍を行って脱炭焼鈍鋼帯を得た。続いて、脱炭焼鈍鋼帯をアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼帯中の窒素を 0 . 0 1 5 質量 % ~ 0 . 0 2 2 質量 % まで増加させた。次いで、M g O を主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、1 5 / h の速度で 1 2 0 0 まで加熱して仕上げ焼鈍を行った。そして、第 4 の実験と同様にして、磁気特性（磁束密度 B 8 ）を測定した。この結果を表 9 に示す。

## 【 0 1 2 0 】

【表 9】

表9

	No.	スラブ加熱			熱間圧延		窒化処理			析出物			磁気特性
		加熱温度 (°C)	T2 (°C)	T4 (°C)	保持温度 (°C)	保持時間 (°C)	N含有量 (質量%)	式(3)の 右辺	式(4)の 右辺	B <sub>asBN</sub> (質量%)	[B]-B <sub>asBN</sub> (質量%)	Se <sub>asMnSe</sub> (質量%)	磁束密度 B8 (T)
実施例	9A	1180	1227	1152	950	300	0.015	0.016	0.020	0.0015	0.0001	0.0042	1.883
	9B	1180	1227	1152	950	300	0.018	0.016	0.020	0.0015	0.0001	0.0042	1.915
	9C	1180	1227	1152	950	300	0.022	0.016	0.020	0.0015	0.0001	0.0042	1.926

【 0 1 2 1 】

表 9 に示すように、窒化処理後の N 含有量が式 ( 3 ) の関係及び式 ( 4 ) の関係を満た

10

20

30

40

50

す実施例 No. 9 C では、特に良好な磁束密度が得られた。一方、式 (3) の関係は満たすが式 (4) の関係を満たさない実施例 No. 9 B では、実施例 No. 4 C よりも磁束密度が若干低かった。また、式 (3) の関係及び式 (4) の関係を満たさない実施例 No. 9 A では、実施例 No. 9 B よりも磁束密度が若干低かった。

【0122】

(第13の実験)

第13の実験では、S が含有されていない場合のスラブの成分の影響を確認した。

【0123】

第13の実験では、先ず、表10に示す成分を含有し、残部がFe及び不可避免的不純物からなるスラブを作製した。次いで、スラブを1200℃で加熱した。その後、スラブを950℃に300秒間、保持する焼鈍を行い、その後に、仕上げ圧延を行った。このようにして厚さが2.3mmの熱間圧延鋼帯を得た。続いて、1100℃で熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが0.22mmの冷間圧延鋼帯を得た。その後、860℃のアンモニア含有湿潤雰囲気ガス中で100秒間、脱炭焼鈍を行ってN含有量が0.023質量%の脱炭焼鈍鋼帯を得た。次いで、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、15℃/hの速度で1200℃まで加熱して仕上げ焼鈍を行った。そして、第4の実験と同様にして、磁気特性(磁束密度B<sub>8</sub>)を測定した。この結果を表10に示す。

【0124】

【表 10】

	No.	珪素鋼素材の組成 (質量%)															磁気特性 磁束密度 B8 (T)
		Si	C	Al	N	Mn	Se	B	Cr	Cu	Ni	P	Mo	Sn	Sb	Bi	
実施例	10A	3.3	0.06	0.027	0.008	0.15	0.006	0.002	-	-	-	-	-	-	-	-	1.917
	10B	3.3	0.06	0.027	0.007	0.12	0.007	0.002	0.13	-	-	-	-	-	-	-	1.925
	10C	3.4	0.06	0.025	0.008	0.12	0.007	0.002	-	0.22	-	-	-	-	-	-	1.926
	10D	3.2	0.06	0.028	0.008	0.14	0.008	0.002	-	-	0.1	-	-	-	-	-	1.920
	10E	3.4	0.06	0.027	0.007	0.11	0.006	0.002	-	-	0.4	-	-	-	-	-	1.916
	10F	3.1	0.06	0.024	0.006	0.13	0.007	0.002	-	-	1.0	-	-	-	-	-	1.887
	10G	3.3	0.06	0.029	0.007	0.10	0.008	0.002	-	-	-	0.04	-	-	-	-	1.927
	10H	3.4	0.06	0.027	0.008	0.11	0.006	0.002	-	-	-	-	0.005	-	-	-	1.921
	10I	3.1	0.06	0.028	0.008	0.13	0.007	0.002	-	-	-	-	-	0.06	-	-	1.927
	10J	3.3	0.06	0.028	0.008	0.10	0.006	0.002	-	-	-	-	-	-	0.05	-	1.926
	10K	3.3	0.06	0.030	0.009	0.10	0.008	0.002	-	-	-	-	-	-	-	0.002	1.929
	10L	3.2	0.06	0.024	0.008	0.13	0.007	0.002	0.1	-	-	0.03	-	0.05	-	-	1.931
	10M	3.7	0.06	0.027	0.008	0.10	0.007	0.002	0.08	0.17	0.05	0.02	-	0.07	-	-	1.928
	10N	3.2	0.06	0.034	0.006	0.12	0.006	0.002	0.12	-	-	-	0.003	0.06	-	0.001	1.920
	10O	2.8	0.06	0.021	0.007	0.10	0.006	0.002	-	-	-	-	-	-	-	-	1.935
	比較例	10P	3.1	0.06	0.030	0.009	0.10	0.002	0.002	-	-	-	-	-	-	-	1.547

表10

【 0 1 2 5 】

表 10 に示すように、適切な組成のスラブを用いた実施例 No. 10A ~ No. 10O

10

20

30

40

50

では、良好な磁束密度が得られたが、S e 含有量が本発明範囲の下限未満の比較例 N o . 1 0 P では、磁束密度が低かった。

【 0 1 2 6 】

( 第 1 4 の実験 )

第 1 4 の実験では、S 及び S e が含有されている場合の B 含有量の影響を確認した。

【 0 1 2 7 】

第 1 4 の実験では、先ず、S i : 3 . 2 質量 %、C : 0 . 0 5 質量 %、酸可溶性 A l : 0 . 0 2 8 質量 %、N : 0 . 0 0 8 質量 %、M n : 0 . 1 質量 %、S : 0 . 0 0 6 質量 %、S e : 0 . 0 0 6 質量 %、及び表 1 1 に示す量の B ( 0 質量 % ~ 0 . 0 0 4 5 質量 % ) を含有し、残部が F e 及び不可避免の不純物からなるスラブを作製した。次いで、スラブを 1 1 8 0 で加熱し、熱間圧延を行った。熱間圧延では、1 1 0 0 で粗圧延を行った後、9 5 0 に 3 0 0 秒間、保持する焼鈍を行い、その後に、9 0 0 で仕上げ圧延を行った。このようにして厚さが 2 . 3 m m の熱間圧延鋼帯を得た。続いて、1 1 0 0 で熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが 0 . 2 2 m m の冷間圧延鋼帯を得た。その後、8 3 0 の湿潤雰囲気ガス中で 1 0 0 秒間、脱炭焼鈍を行って脱炭焼鈍鋼帯を得た。続いて、脱炭焼鈍鋼帯をアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼帯中の窒素を 0 . 0 2 4 質量 % まで増加させた。次いで、M g O を主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、1 5 / h の速度で 1 2 0 0 まで加熱して仕上げ焼鈍を行った。そして、第 4 の実験と同様にして、磁気特性 ( 磁束密度 B 8 ) を測定した。この結果を表 1 1 に示す。

【 0 1 2 8 】

10

20

【表 1 1】

表11

	No.	B含有量 (質量%)	スラブ加熱			熱間圧延		窒化処理			析出物			磁気特性 磁束密度 B8 (T)
			加熱温度 (°C)	T1 (°C)	T2 (°C)	保持温度 (°C)	保持時間 (°C)	N含有量 (質量%)	式(3)の 右辺	式(4)の 右辺	B <sub>asBN</sub> (質量%)	[B]-B <sub>asBN</sub> (質量%)	S <sub>asMnS</sub> <sup>+</sup> 0.5×Se <sub>asMnSe</sub> (質量%)	
比較例	11A	0	1180	1206	1197	950	300	0.024	0.015	0.019	0	0	0.005	1.904
	11B	0.0009	1180	1206	1197	950	300	0.024	0.016	0.020	0.0006	0.0003	0.005	1.918
	11C	0.0018	1180	1206	1197	950	300	0.024	0.017	0.021	0.0015	0.0003	0.005	1.926
	11D	0.0028	1180	1206	1197	950	300	0.024	0.019	0.023	0.0025	0.0003	0.005	1.925
	11E	0.0045	1180	1206	1197	950	300	0.024	0.020	0.024	0.0040	0.0005	0.005	1.923
実施例														

表 1 1 に示すように、スラブが B を含まない比較例 No . 1 1 A では、磁束密度が低かったが、スラブが適当な量の B を含む実施例 No . 1 1 B ~ No . 1 1 E では、良好な磁束密度が得られた。

【 0 1 3 0 】

( 第 1 5 の実験 )

第 1 5 の実験では、S 及び S e が含有されている場合の M n 含有量及びスラブ加熱温度の影響を確認した。

【 0 1 3 1 】

第 1 5 の実験では、先ず、S i : 3 . 3 質量 %、C : 0 . 0 6 質量 %、酸可溶性 A l : 0 . 0 2 7 質量 %、N : 0 . 0 0 6 質量 %、S : 0 . 0 0 6 質量 %、S e : 0 . 0 0 4 質量 %、B : 0 . 0 0 1 5 質量 %、及び表 1 2 に示す量の M n ( 0 . 0 5 質量 % ~ 0 . 2 質量 % ) を含有し、残部が F e 及び不可避免的不純物からなるスラブを作製した。次いで、スラブを 1 2 0 0 で加熱し、熱間圧延を行った。熱間圧延では、一部の試料 ( 実施例 No . 1 2 A 1 ~ No . 1 2 A 4 ) では、1 1 0 0 で粗圧延を行った後、1 0 0 0 に 5 0 0 秒間、保持する焼鈍を行い、その後に、仕上げ圧延を行った。このようにして厚さが 2 . 3 mm の熱間圧延鋼帯を得た。また、他の一部の試料 ( 比較例 No . 1 2 B 1 ~ No . 1 2 B 4 ) では、1 1 0 0 で粗圧延を行った後、焼鈍を行うことなく 1 0 2 0 で仕上げ圧延を行った。このようにして厚さが 2 . 3 mm の熱間圧延鋼帯を得た。続いて、1 1 0 0 で熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが 0 . 2 2 mm の冷間圧延鋼帯を得た。その後、8 3 0 の湿潤雰囲気ガス中で 1 0 0 秒間、脱炭焼鈍を行って脱炭焼鈍鋼帯を得た。続いて、脱炭焼鈍鋼帯をアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼帯中の窒素を 0 . 0 2 2 質量 % まで増加させた。次いで、M g O を主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、1 5 / h の速度で 1 2 0 0 まで加熱して仕上げ焼鈍を行った。そして、第 4 の実験と同様にして、磁気特性 ( 磁束密度 B 8 ) を測定した。この結果を表 1 2 に示す。

【 0 1 3 2 】

10

20

【表 1 2】

表12

	No.	Mn含有量 (質量%)	スラブ加熱		熱間圧延		窒化処理	析出物			磁気特性
			加熱温度 (°C)	保持温度 (°C)	保持時間 (°C)	N含有量 (質量%)		B <sub>asBN</sub> (質量%)	[B]-B <sub>asBN</sub> (質量%)	S <sub>asMnS</sub> <sup>+</sup> 0.5 × S <sub>asMnSe</sub> (質量%)	
実施例	12A1	0.05	1200	1000	500	0.022	0.0008	0.0007	0.0022	1.893	
	12A2	0.08	1200	1000	500	0.022	0.0010	0.0006	0.0025	1.902	
	12A3	0.16	1200	1000	500	0.022	0.0012	0.0007	0.0038	1.919	
	12A4	0.20	1200	1000	500	0.022	0.0013	0.0007	0.0053	1.925	
比較例	12B1	0.05	1200	—	—	0.022	0.0003	0.0012	0.006	1.667	
	12B2	0.08	1200	—	—	0.022	0.0004	0.0011	0.0018	1.698	
	12B3	0.16	1200	—	—	0.022	0.0004	0.0011	0.0034	1.789	
	12B4	0.20	1200	—	—	0.022	0.0004	0.0011	0.0045	1.792	

## 【0 1 3 3】

表12に示すように、熱間圧延の中間段階で所定温度に保持した実施例No. 12A1～No. 12A4では、良好な磁束密度が得られたが、このような保持を行わなかった比較例No. 12B1～No. 12B4では、磁束密度が低かった。

## 【0 1 3 4】

(第16の実験)

第16の実験では、S及びSeが含有されている場合の熱間圧延での保持温度及び保持時間の影響を確認した。



## 【 0 1 3 5 】

第 1 6 の実験では、先ず、S i : 3 . 1 質量 %、C : 0 . 0 6 質量 %、酸可溶性 A l : 0 . 0 2 6 質量 %、N : 0 . 0 0 6 質量 %、M n : 0 . 1 2 質量 %、S : 0 . 0 0 6 質量 %、S e : 0 . 0 0 7 質量 %、B : 0 . 0 0 1 5 質量 % を含有するスラブを作製した。次いで、スラブを 1 2 0 0 で加熱した。その後、スラブを 1 0 5 0 ~ 7 0 0 に 1 0 0 秒間 ~ 5 0 0 秒間、保持する焼鈍を行い、その後に、仕上げ焼鈍を行った。このようにして厚さが 2 . 3 m m の熱間圧延鋼帯を得た。続いて、1 1 0 0 で熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが 0 . 2 2 m m の冷間圧延鋼帯を得た。その後、8 3 0 の湿潤雰囲気ガス中で 1 0 0 秒間、脱炭焼鈍を行って脱炭焼鈍鋼帯を得た。続いて、脱炭焼鈍鋼帯をアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼帯中の窒素を 0 . 0 2 1 質量 % まで増加させた。次いで、M g O を主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、1 5 / h の速度で 1 2 0 0 まで加熱して仕上げ焼鈍を行った。そして、第 4 の実験と同様にして、磁気特性（磁束密度 B 8 ）を測定した。この結果を表 1 3 に示す。

## 【 0 1 3 6 】

【表 1 3】

表13

	No.	スラブ加熱			熱間圧延		窒化処理	析出物			磁気特性
		加熱温度 (°C)	T1 (°C)	T2 (°C)	保持温度 (°C)	保持時間 (°C)		B <sub>asBN</sub> (質量%)	[B]-B <sub>asBN</sub> (質量%)	S <sub>asMnS</sub> <sup>+</sup> 0.5 × Se <sub>asMnSe</sub> (質量%)	
比較例	13A	1200	1218	1227	1050	500	0.021	0.0004	0.0011	0.0024	1.705
	13B	1200	1218	1227	1000	500	0.021	0.001	0.0005	0.0026	1.918
	13C	1200	1218	1227	900	500	0.021	0.0013	0.0002	0.0022	1.929
実施例	13D	1200	1218	1227	800	500	0.021	0.0012	0.0003	0.0021	1.927
	13E	1200	1218	1227	700	500	0.021	0.0004	0.0011	0.0017	1.678
	13F	1200	1218	1227	900	100	0.021	0.0004	0.0011	0.0021	1.724
比較例	13G	1200	1218	1227	800	100	0.021	0.0003	0.0012	0.0018	1.798

## 【0137】

表13に示すように、熱間圧延の中間段階で所定温度に所定時間保持した実施例No. 13B～No. 13Dでは、良好な磁束密度が得られた。しかし、保持する温度又は保持する時間が本発明範囲から外れる比較例No. 13A及びNo. 13E～No. 13Gでは、磁束密度が低かった。

## 【0138】

(第17の実験)

10

20

30

40

50

第17の実験では、S及びSeが含有されている場合の窒化処理後のN含有量の影響を確認した。

【0139】

第17の実験では、先ず、Si：3.3質量%、C：0.06質量%、酸可溶性Al：0.028質量%、N：0.006質量%、Mn：0.15質量%、S：0.005質量%、Se：0.007質量%、及びB：0.002質量%を含有し、不純物であるTiの含有量が0.0014質量%であり、残部がFe及び不可避免の不純物からなるスラブを作製した。次いで、スラブを1200℃で加熱した。その後、スラブを950℃に300秒間、保持する焼鈍を行い、その後に、仕上げ圧延を行った。このようにして厚さが2.3mmの熱間圧延鋼帯を得た。続いて、1100℃で熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが0.22mmの冷間圧延鋼帯を得た。その後、830℃の湿潤雰囲気ガス中で100秒間、脱炭焼鈍を行って脱炭焼鈍鋼帯を得た。続いて、脱炭焼鈍鋼帯をアンモニア含有雰囲気中で焼鈍して鋼帯中の窒素を0.014質量%～0.022質量%まで増加させた。次いで、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、15℃/hの速度で1200℃まで加熱して仕上げ焼鈍を行った。そして、第4の実験と同様にして、磁気特性（磁束密度B<sub>8</sub>）を測定した。この結果を表14に示す。

【0140】

【表 1 4】

表14

	No.	スラブ加熱			熱間圧延		窒化処理			析出物			磁気特性
		加熱温度 (°C)	T1 (°C)	T2 (°C)	保持温度 (°C)	保持時間 (°C)	N含有量 (質量%)	式(3)の 右辺	式(4)の 右辺	B <sub>asBN</sub> (質量%)	[B]-B <sub>asBN</sub> (質量%)	S <sub>asMnS</sub> <sup>+</sup> 0.5×S <sub>asMnSe</sub> (質量%)	
実施例	14A	1200	1221	1248	950	300	0.014	0.018	0.022	0.0018	0.0002	0.0032	1.891
	14B	1200	1221	1248	950	300	0.020	0.018	0.022	0.0018	0.0002	0.0032	1.918
	14C	1200	1221	1248	950	300	0.022	0.018	0.022	0.0018	0.0002	0.0032	1.925

表 1 4 に示すように、窒化処理後の N 含有量が式 ( 3 ) の関係及び式 ( 4 ) の関係を満たす実施例 N o . 1 4 C では、特に良好な磁束密度が得られた。一方、式 ( 3 ) の関係は満たすが式 ( 4 ) の関係を満たさない実施例 N o . 1 4 B では、実施例 N o . 1 4 C よりも磁束密度が若干低かった。また、式 ( 3 ) の関係及び式 ( 4 ) の関係を満たさない実施例 N o . 1 4 A では、実施例 N o . 1 4 B よりも磁束密度が若干低かった。

【 0 1 4 2 】

( 第 1 8 の実験 )

第 1 8 の実験では、S 及び S e が含有されている場合のスラブの成分の影響を確認した。

【 0 1 4 3 】

第 1 8 の実験では、先ず、表 1 5 に示す成分を含有し、残部が F e 及び不可避的不純物からなるスラブを作製した。次いで、スラブを 1 2 0 0 ℃ で加熱した。その後、スラブを 9 5 0 ℃ に 3 0 0 秒間、保持する焼鈍を行い、その後に、仕上げ圧延を行った。このようにして厚さが 2 . 3 m m の熱間圧延鋼帯を得た。続いて、1 1 0 0 ℃ で熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが 0 . 2 2 m m の冷間圧延鋼帯を得た。その後、8 6 0 ℃ のアンモニア含有湿潤雰囲気ガス中で 1 0 0 秒間、脱炭焼鈍を行って N 含有量が 0 . 0 2 3 質量 % の脱炭焼鈍鋼帯を得た。次いで、M g O を主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、1 5 ℃ / h の速度で 1 2 0 0 ℃ まで加熱して仕上げ焼鈍を行った。そして、第 4 の実験と同様にして、磁気特性 ( 磁束密度 B 8 ) を測定した。この結果を表 1 5 に示す。

【 0 1 4 4 】

10

20

【表 15】

表 15

	No.	珪素鋼素材の組成 (質量%)													磁気特性			
		Si	C	Al	N	Mn	S	Se	B	Cr	Cu	Ni	P	Mo	Sn	Sb	Bi	磁束密度 B8 (T)
実施例	15A	3.3	0.06	0.028	0.008	0.12	0.005	0.007	0.002	-	-	-	-	-	-	-	-	1.919
	15B	3.2	0.06	0.027	0.009	0.12	0.007	0.005	0.002	0.2	-	-	-	-	-	-	-	1.921
	15C	3.4	0.06	0.025	0.008	0.12	0.006	0.007	0.002	-	0.2	-	-	-	-	-	-	1.925
	15D	3.3	0.06	0.027	0.008	0.12	0.006	0.007	0.002	-	-	0.1	-	-	-	-	-	1.924
	15E	3.3	0.06	0.024	0.007	0.12	0.006	0.007	0.002	-	-	0.4	-	-	-	-	-	1.917
比較例	15F	3.1	0.06	0.027	0.009	0.12	0.006	0.007	0.002	-	-	1.3	-	-	-	-	-	1.694
	15G	3.4	0.06	0.028	0.007	0.12	0.006	0.007	0.002	-	-	-	0.03	-	-	-	-	1.924
実施例	15H	3.2	0.06	0.027	0.008	0.12	0.006	0.007	0.002	-	-	-	-	0.005	-	-	-	1.923
	15I	3.3	0.06	0.028	0.008	0.12	0.006	0.007	0.002	-	-	-	-	-	0.04	-	-	1.925
	15J	3.3	0.06	0.025	0.008	0.12	0.006	0.007	0.002	-	-	-	-	-	-	0.04	-	1.923
	15K	3.3	0.06	0.024	0.009	0.12	0.006	0.007	0.002	-	-	-	-	-	-	-	0.003	1.927
	15L	3.2	0.06	0.030	0.008	0.12	0.006	0.004	0.002	0.1	-	-	0.03	-	0.06	-	-	1.931
	15M	3.8	0.06	0.027	0.008	0.12	0.005	0.005	0.002	0.1	0.15	0.05	0.02	-	0.04	-	-	1.932
	15N	3.3	0.06	0.028	0.009	0.12	0.006	0.004	0.002	0.1	-	-	-	0.003	0.05	-	0.001	1.923
比較例	15O	2.8	0.06	0.022	0.008	0.12	0.004	0.007	0.002	-	-	-	-	-	-	-	-	1.937
	15P	3.3	0.06	0.035	0.007	0.12	0.001	0.0003	0.002	-	-	-	-	-	-	-	-	1.601

表 15 に示すように、適切な組成のスラブを用いた実施例 No. 15A ~ No. 15E、及び No. 15G ~ No. 15O では、良好な磁束密度が得られたが、Ni 含有量が本発明範囲の上限よりも高い比較例 No. 15F、並びに S 含有量及び Se 含有量が本発明範囲の下限未満の比較例 No. 15P では、磁束密度が低かった。

【0146】

(第19の実験)

第19の実験では、S 及び Se が含有されている場合の窒化処理の影響を確認した。

【0147】

第19の実験では、まず、Si : 3.2 質量%、C : 0.06 質量%、酸可溶性 Al : 0.027 質量%、N : 0.007 質量%、Mn : 0.14 質量%、S : 0.006 質量%、Se : 0.005 質量%、及び B : 0.0015 % を含有し、残部が Fe 及び不可避的不純物からなるスラブを作製した。次いで、スラブを 1200 で加熱し、熱間圧延を行った。熱間圧延では、粗圧延を行った後、950 に 300 秒間、保持する焼鈍を行い、その後に、仕上げ圧延を行った。このようにして厚さが 2.3 mm の熱間圧延鋼帯を得た。続いて、1100 で熱間圧延鋼帯の焼鈍を行った。次いで、冷間圧延を行って厚さが 0.22 mm の冷間圧延鋼帯を得た。

10

【0148】

その後、比較例 No. 16A の試料については、830 の湿潤雰囲気ガス中で 100 秒間、脱炭焼鈍を行って脱炭焼鈍鋼帯を得た。また、実施例 No. 16B の試料については、830 の湿潤雰囲気ガス中で 100 秒間、脱炭焼鈍を行い、更に、アンモニア含有雰囲気中で焼鈍して N 含有量が 0.022 質量% の脱炭焼鈍鋼帯を得た。また、実施例 No. 16C の試料については、860 の湿潤雰囲気ガス中で 100 秒間、脱炭焼鈍を行って N 含有量が 0.022 質量% の脱炭焼鈍鋼帯を得た。このようにして、3 種類の脱炭焼鈍鋼帯を得た。

20

【0149】

次いで、MgO を主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、15 / h の速度で 1200 ま で加熱して仕上げ焼鈍を行った。そして、第4の実験と同様にして、磁気特性 (磁束密度 B8) を測定した。この結果を表 16 に示す。

【0150】

【表 16】

	No.	窒化処理 の有無	スラブ加熱			窒化処理			析出物			磁気特性 磁束密度 B8 (T)
			加熱温度 (°C)	T1 (°C)	T2 (°C)	N含有量 (質量%)	式(3)の 右辺	式(4)の 右辺	B <sub>asBN</sub> (質量%)	[B]-B <sub>asBN</sub> (質量%)	S <sub>asMnS</sub> <sup>+</sup> 0.5 × S <sub>easMnSe</sub> (質量%)	
比較例 実施例	16A	なし	1200	1228	1211	0.007	0.016	0.020	0.0014	0.0001	0.006	1.612
	16B	あり	1200	1228	1211	0.021	0.016	0.020	0.0014	0.0001	0.006	1.934
	16C	あり	1200	1228	1211	0.021	0.016	0.020	0.0014	0.0001	0.006	1.931

表16

## 【0151】

表16に示すように、脱炭焼鈍後に窒化処理を行った実施例No. 16B、及び脱炭焼鈍中に窒化処理を行った実施例No. 16Cでは、良好な磁束密度が得られた。しかし、窒化処理を行わなかった比較例No. 16Aでは、磁束密度が低かった。なお、表16中の比較例No. 16Aの「窒化処理」の欄の数値は、脱炭焼鈍鋼帯の組成から得られた値

10

20

30

40

50



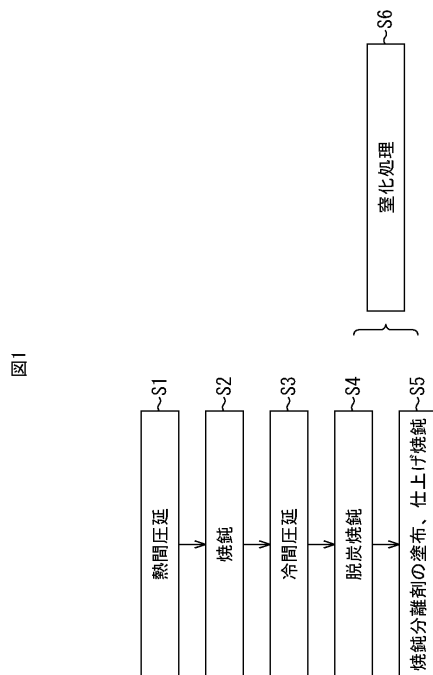
である。

【産業上の利用可能性】

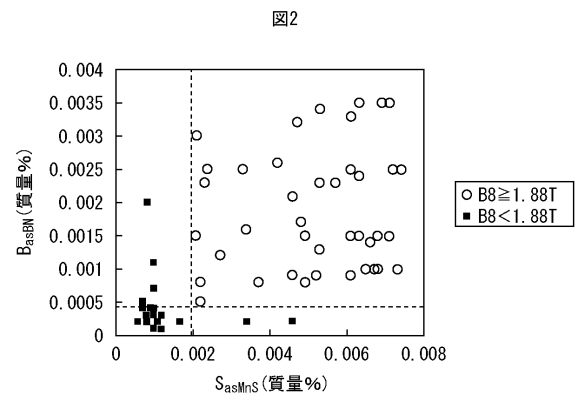
【0152】

本発明は、例えば、電磁鋼板製造産業及び電磁鋼板利用産業において利用することができる。

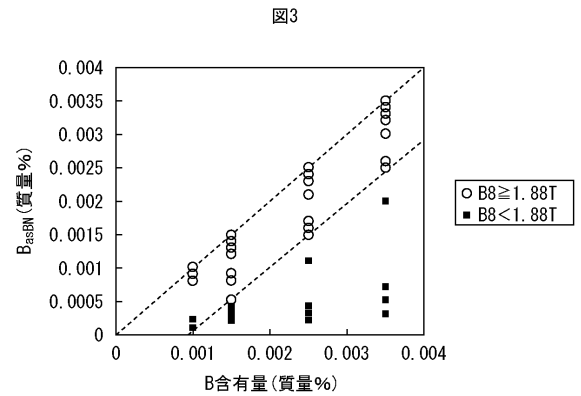
【図1】



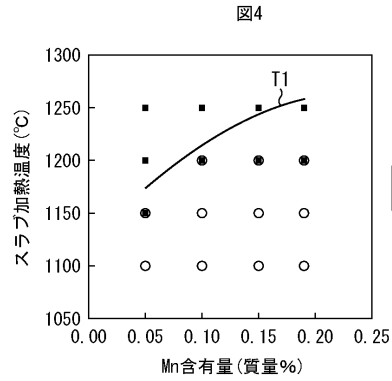
【図2】



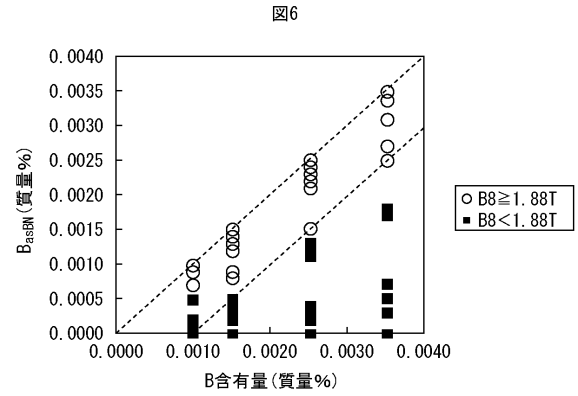
【図3】



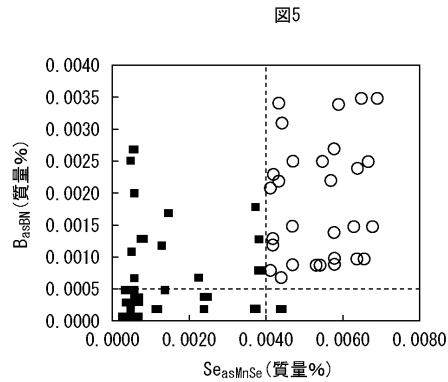
【図 4】



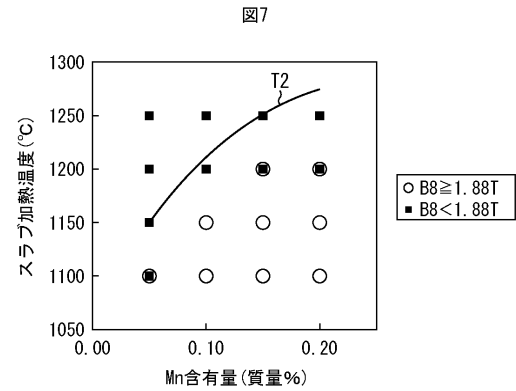
【図 6】



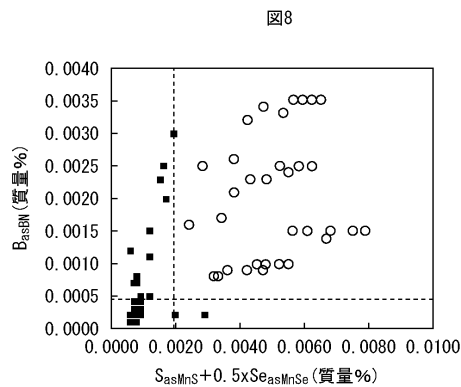
【図 5】



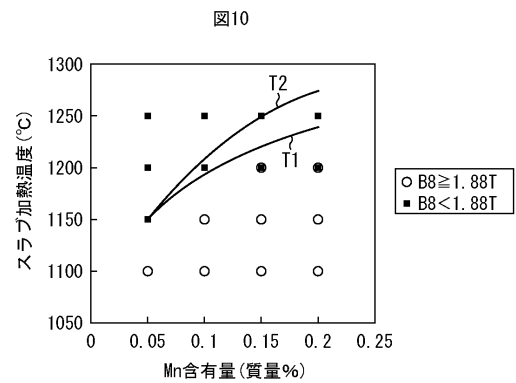
【図 7】



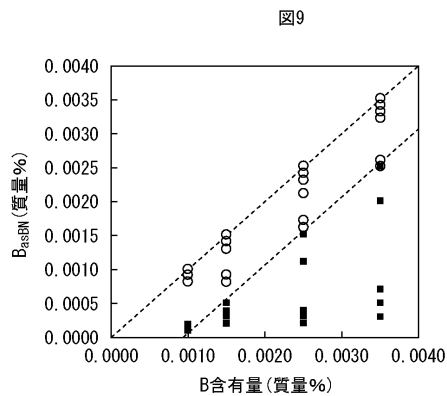
【図 8】



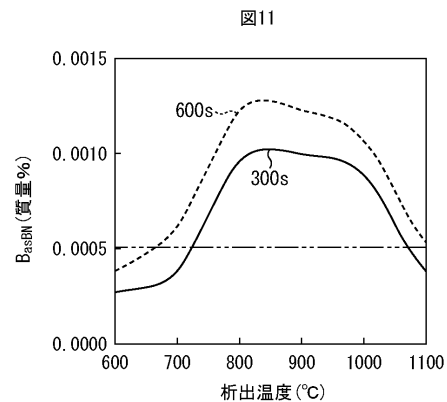
【図 10】



【図 9】



【図 11】



---

 フロントページの続き

(51)Int.Cl.			F I	
<b>C 2 3 C</b>	<b>8/26</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>C 2 3 C</b>	<b>8/26</b>
<b>H 0 1 F</b>	<b>1/16</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>H 0 1 F</b>	<b>1/16</b>
<b>H 0 1 F</b>	<b>1/18</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>H 0 1 F</b>	<b>1/18</b>

## 早期審査対象出願

(56)参考文献 特開平 1 0 - 1 4 0 2 4 3 ( J P , A )  
 特開 2 0 0 2 - 3 4 8 6 1 1 ( J P , A )

## (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C21D 8/12  
 B21B 3/02  
 C22C 38/00-38/60  
 C23C 8/26  
 H01F 1/16-1/18