

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6500980号
(P6500980)

(45) 発行日 平成31年4月17日(2019.4.17)

(24) 登録日 平成31年3月29日(2019.3.29)

(51) Int.Cl.		F I			
C 2 2 C	38/00	(2006.01)	C 2 2 C	38/00	3 0 3 U
C 2 2 C	38/60	(2006.01)	C 2 2 C	38/60	
C 2 1 D	8/12	(2006.01)	C 2 1 D	8/12	A
H O 1 F	1/147	(2006.01)	H O 1 F	1/147	1 7 5

請求項の数 2 (全 27 頁)

(21) 出願番号 特願2017-515515 (P2017-515515)
 (86) (22) 出願日 平成28年4月21日 (2016.4.21)
 (86) 国際出願番号 PCT/JP2016/062626
 (87) 国際公開番号 W02016/175121
 (87) 国際公開日 平成28年11月3日 (2016.11.3)
 審査請求日 平成29年9月27日 (2017.9.27)
 (31) 優先権主張番号 特願2015-90617 (P2015-90617)
 (32) 優先日 平成27年4月27日 (2015.4.27)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(73) 特許権者 000006655
 日本製鉄株式会社
 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号
 (74) 代理人 100106909
 弁理士 棚井 澄雄
 (74) 代理人 100175802
 弁理士 寺本 光生
 (74) 代理人 100134359
 弁理士 勝俣 智夫
 (74) 代理人 100188592
 弁理士 山口 洋
 (72) 発明者 藤倉 昌浩
 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新
 日鐵住金株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 無方向性電磁鋼板

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

成分組成が、単位質量%で、
 C : 0 ~ 0 . 0 1 0 0 %、
 S i : 1 . 0 0 ~ 4 . 0 0 %、
 M n : 0 . 0 5 ~ 1 . 0 0 %、
 A l : 0 . 1 0 ~ 3 . 0 0 %、
 C u : 0 . 5 0 ~ 2 . 0 0 %、
 N i : 0 ~ 3 . 0 0 %、
 C a : 0 ~ 0 . 0 1 0 0 %、
 R E M : 0 ~ 0 . 0 1 0 0 %、
 S n : 0 ~ 0 . 3 %、
 S b : 0 ~ 0 . 3 %、
 S : 0 ~ 0 . 0 1 %、
 P : 0 ~ 0 . 0 1 %、
 N : 0 ~ 0 . 0 1 %、
 O : 0 ~ 0 . 0 1 %、
 T i : 0 ~ 0 . 0 1 %、
 N b : 0 ~ 0 . 0 1 %、
 V : 0 ~ 0 . 0 1 %、

Zr : 0 ~ 0 . 0 1 %、及び

Mg : 0 ~ 0 . 0 1 %

を含有し、残部がFe及び不純物からなり、

組織が、99.0面積%以上の、未再結晶組織を含まないフェライト粒を含み、

前記フェライト粒の平均結晶粒径が30µm以上、180µm以下であり、

前記フェライト粒が、その内部に個数密度10,000~10,000,000個/µm³の金属Cu粒子を含有し、

前記フェライト粒の内部の前記金属Cu粒子が、

前記金属Cu粒子の前記個数密度に対して2%~100%の個数密度の、9R構造を有する析出粒子と、

前記金属Cu粒子の前記個数密度に対して0%~98%の個数密度の、bcc構造を有する析出粒子の1種または2種からなり、

前記フェライト粒の内部の前記金属Cu粒子の平均粒径が2.0nm以上、10.0nm以下である

ことを特徴とする無方向性電磁鋼板。

【請求項2】

前記成分組成が、単位質量%で

Ni : 0 . 5 0 ~ 3 . 0 0 %、

Ca : 0 . 0 0 0 5 ~ 0 . 0 1 0 0 %、

REM : 0 . 0 0 0 5 ~ 0 . 0 1 0 0 %、

からなる群から選択される1種または2種以上を含有することを特徴とする請求項1に記載の無方向性電磁鋼板。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、電気自動車などの駆動モータや各種電気機器用モータの鉄心材料として使用する無方向性電磁鋼板に関するものである。

本願は、2015年4月27日に、日本に出願された特願2015-090617号に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

【背景技術】

【0002】

近年、自動車用途などでは、容量が大きく高速で回転するモータが増えてきている。このモータの回転子用の素材には、優れた磁気特性とともに、遠心力や応力変動に耐えるための機械強度が要求される。特に、応力変動に対応するためには、高い疲労強度が必要となるが、一般に、引張強さTSが大きいほど、疲労強度は向上するとされている。

【0003】

例えば、特許文献1~4などに見られるように、低鉄損及び高強度の両方を達成する方法として、冷延再結晶後に、金属Cu粒子を微細析出させることにより鋼板を高強度化する方法が提案されている。再結晶粒の粗大化、及び磁壁移動に影響を与えないほどの微細なCuを析出させることにより、低鉄損及び高強度の両方の達成を可能としている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】日本国特開2004-084053号公報

【特許文献2】国際公開第2005/033349号

【特許文献3】日本国特開2004-183066号公報

【特許文献4】国際公開第2004/50934号

【非特許文献】

【0005】

【非特許文献1】P. J. Othen et al, Philosophical

10

20

30

40

50

Magazine Letters, 64(1991)383

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明は、金属Cu粒子を析出させた低鉄損の無方向性電磁鋼板の疲労特性を向上させることを課題とし、該課題を解決する低鉄損の無方向性電磁鋼板とそ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】

【0007】

本発明者らは、上記課題を解決する手法について鋭意検討した。その結果、熱延条件とCuの析出条件とを適切に組み合わせると、良好な磁気特性を維持したまま、高い引張強度と高い疲労強度とを実現できることを見いだした。

【0008】

本発明は、上記知見に基づいてなされたもので、その要旨は以下の通りである。

【0009】

(1) 本発明の一態様に係る無方向性電磁鋼板は、成分組成が、単位質量%で、C: 0~0.0100%、Si: 1.00~4.00%、Mn: 0.05~1.00%、Al: 0.10~3.00%、Cu: 0.50~2.00%、Ni: 0~3.00%、Ca: 0~0.0100%、REM: 0~0.0100%、Sn: 0~0.3%、Sb: 0~0.3%、S: 0~0.01%、P: 0~0.01%、N: 0~0.01%、O: 0~0.01%、Ti: 0~0.01%、Nb: 0~0.01%、V: 0~0.01%、Zr: 0~0.01%、及びMg: 0~0.01%を含有し、残部がFe及び不純物からなり、組織が、99.0面積%以上の、未再結晶組織を含まないフェライト粒を含み、前記フェライト粒の平均結晶粒径が30µm以上、180µm以下であり、前記フェライト粒が、その内部に個数密度10,000~10,000,000個/µm³の金属Cu粒子を含有し、前記フェライト粒の内部の前記金属Cu粒子が、前記金属Cu粒子の前記個数密度に対して2%~100%の個数密度の、9R構造を有する析出粒子と、前記金属Cu粒子の前記個数密度に対して0%~98%の個数密度の、bcc構造を有する析出粒子の1種または2種からなり、前記フェライト粒の内部の前記金属Cu粒子の平均粒径が2.0nm以上、10.0nm以下である。

(2) 上記(1)に記載の無方向性電磁鋼板は、前記成分組成が、単位質量%でNi: 0.50~3.00%、Ca: 0.0005~0.0100%、REM: 0.0005~0.0100%、からなる群から選択される1種または2種以上を含有してもよい。

【発明の効果】

【0010】

本発明によれば、低鉄損で、かつ、疲労特性に優れた無方向性電磁鋼板を製造し提供することができる。本発明は、モータの高速化、及び高効率化に寄与できる。

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図1-1】 疲労試験用試験片の態様を示す図である。

【図1-2】 疲労試験用試験片の態様を示す図である。

【図2】 Cu析出処理温度と引張強度TSの関係を示す図である。

【図3】 Cu析出処理温度と疲労強度FSの関係を示す図である。

【図4】 Cu析出処理温度と鉄損 $W_{10/400}$ の関係を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0012】

最初に、本実施形態に係る鋼板及びその製造方法の基礎をなす知見を得るに至った実験とその結果について説明する。

【0013】

10

20

30

40

50

実験とその結果

表 1 に示す成分組成（単位：質量％）の鋼片を溶製し、仕上げ熱延開始温度 $F_0 T$ と、仕上げ熱延終了温度 $F T$ と、熱延後の巻取温度 $C T$ とを表 2 に示す条件 1 ~ 3 として、仕上げ厚さ 2.3 mm の熱延鋼板を製造した。これらの熱延鋼板を、焼鈍せずに酸洗し、次いで冷間圧延し、これにより厚さ 0.35 mm の冷延鋼板を得た。その後、この冷延鋼板に、1000 で 30 秒均熱し、800 ~ 400 の温度範囲での平均冷却速度を 20 / 秒として冷却する再結晶焼鈍を施して、再結晶鋼板を得た。さらにその後、再結晶鋼板に、400 ~ 700 の範囲内の種々の均熱温度で均熱時間 60 秒の Cu 析出焼鈍を施して、評価用鋼板を得た。

【0014】

評価用鋼板から、JIS 5 号引張試験片を切り出し、JIS Z 2241「金属材料引張試験方法」に基づいて引張試験を行った。引張試験片の長手方向は、評価用鋼板の圧延方向に一致させた。さらに、JIS Z 2273「金属材料の疲れ試験方法通則」に基づき、図 1 - 1 および図 1 - 2 に示す疲労試験片を評価用鋼板から切り出し、部分片振り引張りで疲労試験を行った。図 1 - 1 および図 1 - 2 に示される a、b、c、e、R、w、W、X、Y₀、Z、及び は以下の通りであった。また、試験片のくびれ部の表面には、600 番ペーパーによる表面仕上げを行った。

a : 220 mm
 b : 65 mm
 c : 45 mm
 e : 26.5 mm
 R : 35 mm
 w : 25 mm
 W : 50 mm
 X : 16 mm
 Y₀ : 28 mm
 Z : 26 mm
 : 0.35 mm

疲労試験片の長手方向は、評価用鋼板の圧延方向に一致させた。疲労試験では、最低荷重を 3 kgf で一定とし、周波数を 20 Hz とし、繰返し応力回数 200 万回で破断しない場合の最大応力を、評価用鋼板の疲労強度 $F S$ とした。

【0015】

また、磁気測定用の 55 mm × 55 mm の単板試料を評価用鋼板から切り出し、圧延方向と直角方向の平均鉄損を JIS C 2556「電磁鋼板単板磁気特性試験方法」に基づき評価した。評価は、周波数 400 Hz、及び磁束密度 1.0 T の条件で行った。

【0016】

【表 1】

化学成分(単位:質量%)						
C	Si	Mn	P	S	Al	Cu
0.0014	2.96	0.188	0.015	0.0013	0.687	1.158

【0017】

10

20

30

40

【表 2】

	FOT	FT	CT
条件1	1010°C	920°C	650°C
条件2	970°C	880°C	450°C
条件3	910°C	820°C	400°C

【0018】

図2に、Cu析出焼鈍における析出処理温度（Cu析出処理温度）と引張強度TSとの関係を示し、図3に、析出処理温度と疲労強度FSとの関係を示す。図2及び図3から、表1に示される熱延条件1では、TS（引張強度）が最も高くなるCu析出処理温度が525～550であり、FS（疲労強度）が最も高くなるCu析出処理温度は575～600であることが解る。

10

【0019】

また、図2及び図3から、仕上げ熱延開始温度、仕上げ熱延終了温度及び巻取温度を低下させると、TS及びFSが上昇し、また、TSが最も高くなるCu析出処理温度はあまり変化しないが、FSが最大になるCu析出処理温度が低下することが解る。

【0020】

即ち、図2及び図3から、熱延条件とCu析出条件とを適宜組み合わせることで、高い引張強度とともに、高い疲労強度を実現できることが解る。

20

【0021】

ここで、図4に、Cu析出処理温度と鉄損 $W_{10/400}$ との関係を示す。どの熱延条件でも、Cu析出処理温度が700である場合に、やや鉄損が増大するが、Cu析出処理温度が650以下である場合、Cu析出処理温度が鉄損へ及ぼす影響は小さいことが図4から解る。

【0022】

本発明者らは、上述の実験結果から判明した熱処理条件と引張強度、疲労強度、及び鉄損との関係をさらに詳しく検討するために、試験材のフェライト結晶粒内におけるCuの析出形態を透過型電子顕微鏡（TEM）で調査した。熱延条件1、Cu析出処理温度550では、Cuの平均析出粒径は2.3nmで、観察された全てのCu粒子の結晶構造はBCCであった。熱延条件3、Cu析出処理温度650では、Cuの平均析出粒径は7nmで、Cu粒子の結晶構造は、BCC構造とともに、9R構造やFCC構造も観察された。

30

【0023】

このような観察に基づいて、表3に、熱延条件、Cu析出処理温度を変化させた場合の、析出Cu粒子の平均粒径、体積当たりの個数密度、全析出Cu粒子の個数密度に対する9R粒子の個数密度の割合、及びBCC粒子の個数密度の割合を示す。図3の疲労強度と表3のCu析出状態を比べてみると、各熱延条件において疲労強度が高い条件では、BCC構造のCu粒子とともに9R構造の粒子を含んでいる事が分かった。更に、TS、FSの高い熱延条件2、3では、同じCu析出焼鈍条件であっても、熱延条件1に比べて、Cu粒子の個数密度が高いことが分かった。

40

【0024】

【表 3 - 1】

析出焼鈍 温度 [°C]	条件1				
	析出Cu粒子				
	平均粒径 [nm]	個数密度 [1/μm ³]	粒子の 結晶構造	9R粒子の 個数割合	BCC粒子 の 個数割合
400	観察不可	＝	観察不可	＝	＝
450	観察不可	＝	観察不可	＝	＝
500	2.3	586000	BCC	0%	100%
525	2.2	639000	BCC	0%	100%
550	2.5	251000	BCC	0%	100%
575	3.3	109000	BCC+9R	15%	85%
600	7	11400	BCC+9R+FCC	55%	36%
625	12	2270	BCC+9R+FCC	17%	2%
650	19	573	FCC	0%	0%
700	28	179	FCC	0%	0%

10

20

【 0 0 2 5 】

【表 3 - 2】

析出焼鈍 温度 [°C]	条件2				
	析出Cu粒子				
	平均粒径 [nm]	個数密度 [1/μm ³]	粒子の 結晶構造	9R粒子の 個数割合	BCC粒子 の 個数割合
400	観察不可	＝	観察不可	＝	＝
450	2.3	1620000	BCC	0%	100%
500	2.2	1840000	BCC	0%	100%
525	2.5	1260000	BCC+9R	5%	95%
550	3.6	421000	BCC+9R	16%	84%
575	4.2	265229	BCC+9R	35%	65%
600	7.1	54900	BCC+9R+FCC	56%	25%
625	9	26700	BCC+9R+FCC	29%	8%
650	13	8940	BCC+9R+FCC	15%	3%
700	21	2120	FCC	0%	0%

30

40

【 0 0 2 6 】

【表 3 - 3】

析出焼鈍 温度 [°C]	条件3				
	析出Cu粒子				
	平均粒径 [nm]	個数密度 [1/μm ³]	粒子の 結晶構造	9R粒子の 個数割合	BCC粒子 の 個数割合
400	観察不可	＝	観察不可	＝	＝
450	2.3	3210000	BCC	0%	100%
500	3.1	2640000	BCC+9R	11%	89%
525	3.2	3000000	BCC+9R	15%	85%
550	3.3	1090000	BCC+9R	18%	82%
575	3.6	842000	BCC+9R	30%	70%
600	3.8	716000	BCC+9R	52%	48%
625	6	182000	BCC+9R+FCC	68%	32%
650	7	115000	BCC+9R+FCC	55%	17%
700	15	11600	BCC+9R+FCC	8%	5%

10

20

【 0 0 2 7 】

- Fe中のCu粒子は、析出サイズの増大に伴い結晶構造を変え、マトリックスであるFeとの整合性を変化させることが知られている。即ち、析出初期段階では、Cuはマトリックスと整合するBCC構造で析出し、界面のエネルギー上昇を抑える。やや成長すると、本来安定であるFCC構造に近い9R構造という結晶構造を取り、マトリックスとは、半整合の状態となる。更に温度が上昇すると、安定相であるFCC構造へと変化し、マトリックスとは完全に非整合となる。ここで9R構造とは、非特許文献1のFig. 4にあるように、原子の最密面の積層周期が9層となっている長周期構造のことである。

30

【 0 0 2 8 】

9R構造のCu粒子を含む場合に疲労強度が高くなる。これは、マトリックスと整合しているBCC構造のCu粒子の場合は、繰返し応力によって、Cu粒子のカッティングが起こるが、半整合の9R構造のCu粒子の場合は、カッティングが起こり難いからであると推測される。さらに、BCC構造のCu粒子は転位の移動を抑制しないので、鋼板の機械強度に影響しないが、9R構造のCu粒子は転位の移動を抑制するので、鋼板の機械強度（例えば引張強さ）を向上させる働きを有すると推測される。

【 0 0 2 9 】

9R構造を得るために粒子サイズを大きくすると、必然的に個数密度が小さくなり、機械強度が低下する。しかし、先に示した表3-1～表3-3を見ると、熱延の際のFOT、FT、CTを低下させることによって、Cu粒子サイズがある程度大きくなっても、Cu粒子の個数密度を多く保つことができることが分かる。すなわち、熱延の際のFOT、FT、及びCTを低下させることによって、9R構造の粒子を鋼板中に含ませながら、粒子の個数密度を高めることができる。

40

【 0 0 3 0 】

以上の結果から、本発明者らは、疲労強度を向上させるには、Cu粒子に9R構造のCu粒子を含ませることが重要であり、且つ、個数密度を大きくするために、熱延を最適な条件で行うことが重要であることを知見した。

【 0 0 3 1 】

以下、本実施形態に係る鋼板について説明する。

50

【0032】

成分組成

まず、本実施形態に係る鋼板の成分組成の限定理由について説明する。以下、成分組成に係る%は、質量%を意味する。

【0033】

C : 0 ~ 0 . 0 1 0 0 %

Cは、電磁鋼板の鉄損を大きくし、さらに磁気時効の原因にもなるので、電磁鋼板にとって有害な元素である。C含有量が0 . 0 1 0 0 %を超える場合、鉄損が増大し、また、磁気時効が著しくなるので、C含有量を0 . 0 1 0 0 %以下とする。C含有量は、好ましくは0 . 0 0 5 0 %以下、または0 . 0 0 3 0 %以下である。本実施形態に係る鋼板はCを必要としないので、C含有量の下限値は0 %である。しかしながら、Cを除去するために多大なコストが必要とされる場合がある。従って、C含有量を0 %超、0 . 0 0 0 1 %以上、0 . 0 0 0 5 %以上、または0 . 0 0 1 0 %以上としてもよい。

10

【0034】

Si : 1 . 0 0 ~ 4 . 0 0 %

Siは、鋼の固有抵抗を増加させることにより、電磁鋼板の鉄損の低減に寄与する元素である。Si含有量が1 . 0 0 %未満である場合、鉄損低減効果が十分に発現しないので、Si含有量は1 . 0 0 %以上とする。Si含有量は、好ましくは2 . 0 0 %以上、2 . 2 0 %以上、または2 . 5 0 %以上である。

20

【0035】

一方、Si含有量が4 . 0 0 %を超える場合、鋼が脆化し、圧延の際に疵及び割れ等のトラブルが発生しやすくなる。従って、Si含有量は4 . 0 0 %以下とする。Si含有量は、好ましくは3 . 6 0 %以下、または3 . 5 0 %以下、または3 . 4 0 %以下である。

【0036】

Mn : 0 . 0 5 ~ 1 . 0 0 %

Mnは、鋼の固有抵抗を高め、また、硫化物を粗大化して無害化する作用をなす元素である。Mn含有量が0 . 0 5 %未満である場合、上述の効果が十分に発現しないので、Mn含有量は0 . 0 5 %以上とする。Mn含有量は好ましくは0 . 1 0 %以上、0 . 1 5 %以上、または0 . 2 0 %以上である。

【0037】

一方、Mn含有量が1 . 0 0 %を超える場合、鋼が脆化し、圧延の際に疵及び割れ等のトラブルが発生しやすくなる。従って、Mn含有量は1 . 0 0 %以下とする。Mn含有量は好ましくは0 . 9 0 %以下、0 . 8 0 %以下、または0 . 7 0 %以下である。

30

【0038】

Al : 0 . 1 0 ~ 3 . 0 0 %

Alは、脱酸効果を有し、また、大型のAlNとして析出することにより窒化物の微細析出を防ぐ作用をなす元素である。また、Alは、Si及びMnと同様に、鋼の固有抵抗を増加させ、鉄損の低減に寄与する元素でもある。

【0039】

Al含有量が0 . 1 0 %未満である場合、上述の効果が十分に発現しないので、Al含有量は0 . 1 0 %以上とする。Al含有量は好ましくは0 . 1 5 %以上、0 . 2 0 %以上、または0 . 3 0 %以上である。一方、Al含有量が3 . 0 0 %を超える場合、鋼が脆化し、圧延の際に疵及び割れ等のトラブルが発生しやすくなるので、Al含有量は3 . 0 0 %以下とする。Al含有量は好ましくは2 . 0 0 %以下、1 . 5 0 %以下、または1 . 2 0 %以下である。

40

【0040】

Cu : 0 . 5 0 ~ 2 . 0 0 %

Cuは、本実施形態に係る鋼板において重要な元素である。金属Cuを鋼板中に微細に析出させることにより、鋼板の鉄損を増大させずに、鋼板の降伏強度(YS)、引張強度(TS)、及び、疲労強度(FS)を向上させる。Cu含有量が0 . 5 0 %未満である場

50

合、上述の効果が十分に発現しないので、Cu含有量は0.50%以上とする。Cu含有量は好ましくは0.80%以上、0.90%以上、または1.00%以上である。

【0041】

一方、Cu含有量が2.00%を超える場合、鋼板の熱延時に、鋼板に疵及び割れ等が引き起こされるので、Cu含有量は2.00%以下とする。Cu含有量は好ましくは1.80%以下、1.60%以下、または1.40%以下である。

【0042】

本実施形態に係る鋼板は、上述された元素の他に、Ni、Ca、およびREMからなる群から選択される一種以上を含んでも良い。また、本実施形態に係る鋼板は、上述された元素の他に、Sn、及びSbを含んでも良い。ただし、Ni、Ca、REM、Sn、及びSbが含まれない場合でも本実施形態に係る鋼板は良好な特性を有するので、Ni、Ca、REM、Sn、及びSbそれぞれの下限値は0%である。

10

【0043】

Ni：0～3.00%

Niは、熱延鋼板の疵を減少させる効果を有し、また、固溶強化による鋼板の機械強度の上昇にも有効であるので、本実施形態に係る鋼板に含有させてもよい。上述の効果をj得るためには、Ni含有量を0.50%以上とすることが好ましく、0.80%以上、または1.00%以上とすることがさらに好ましい。ただし、Niは、高価な元素であり、製造コストを上昇させるので、Ni含有量は3.00%以下とすることが好ましく、2.60%以下、または2.00%以下とすることがさらに好ましい。

20

【0044】

Ca：0～0.0100%

REM：0～0.0100%

CaおよびREMは、鑄造での冷却段階で、鋼中のSをオキシサルファイドなどの介在物として析出させることにより、析出物を形成して鋼板の鉄損を増大させる元素であるSを無害化する効果を有する。この効果を得るために、Ca及びREMそれぞれを0.0005%以上含有させてもよい。Ca及びREMそれぞれの含有量のさらに好ましい下限値は、0.0010%、または0.0030%である。一方、Ca及びREMの含有量が過剰である場合、CaやREMを含む介在物量が増え、鉄損を劣化させる。従って、Ca及びREMそれぞれの含有量の上限値は0.0100%とすることが好ましく、0.009%、または0.008%とすることがさらに好ましい。なお「REM」との用語は、Sc、Yおよびランタノイドからなる合計17元素を指し、上記「REMの含有量」とは、これらの17元素の合計含有量を意味する。

30

【0045】

Sn：0～0.30%、

Sb：0～0.30%、

さらに、鋼板の磁気特性を改善するために、Sn及びSbなどを鋼板に含有させてもよい。磁気特性向上効果を得るためには、Sn及びSbそれぞれの含有量の下限値を0.03%とすることが好ましく、0.04%、または0.05%とすることがさらに好ましい。ただし、Sn及びSbは鋼を脆化させる場合があるので、Sn及びSbそれぞれの含有量の上限値は0.30%とすることが好ましく、0.20%、または0.15%とすることがさらに好ましい。

40

【0046】

また、本実施形態に係る鋼板は、上述された元素の他に、S、P、N、O、Ti、Nb、V、Zr、Mgなどからなる群から選択される一種以上を含んでも良い。ただし、これら元素は本実施形態に係る鋼板の特性を向上させる働きを有しないと推定される。従って、これら元素それぞれの含有量の下限値は0%である。一方これら元素は、析出物を形成して鋼板の鉄損を増大させるので、これら元素が含有される場合は、これらの元素それぞれの含有量の上限値を0.010%とすることが好ましく、0.005%、または0.003%とすることがさらに好ましい。

50

【 0 0 4 7 】

本実施形態に係る鋼板の化学成分の残部は鉄 (F e) および不純物である。不純物とは、鉱石若しくはスクラップ等のような原料、又は製造工程の種々の要因によって鋼板に混入する成分であって、本実施形態に係る鋼板の諸特性に悪影響を与えない範囲で許容されるものを意味する。

【 0 0 4 8 】

鋼板の組織及び C u の析出形態

本実施形態に係る鋼板は、未再結晶組織を含まないフェライト粒からなる組織を有し、かつ、該フェライト粒内に析出した金属 C u 粒子を含有する、低い鉄損と高い疲労強度を併せ持つ鋼板である。本実施形態に係る鋼板の組織、及び、金属 C u 粒子の析出状態について、以下に説明する。

10

【 0 0 4 9 】

未再結晶組織を含まないフェライト粒：99.0面積%以上

鋼板内に未再結晶組織が残留すると、鋼板の鉄損が著しく増大する。従って、本実施形態に係る鋼板の組織のほぼ全てをフェライトとし、このフェライトのほぼ全てを再結晶させることが必要である。しかし、約1.0面積%未満の、未再結晶組織を含まないフェライト粒以外の組織および介在物の含有は許容される。従って、本実施形態に係る鋼板の組織は、未再結晶組織を含まないフェライト粒を99.0面積%以上含むものと規定される。

【 0 0 5 0 】

フェライト粒が再結晶しているかどうかは、通常の方法で観察する方法で確認できる。即ち、鋼板の断面を研磨後、ナイトール液などの腐食液で研磨面を腐食させると、再結晶しているフェライト粒は明るい無地の結晶粒として観察される。一方、未再結晶フェライト粒は、内部に不規則な暗い模様が観察される。

20

【 0 0 5 1 】

フェライト粒の平均結晶粒径：30～180μm

フェライト粒の平均結晶粒径は、鋼板のヒステリシス損失を低減させるために、30μm以上とする必要がある。ただし、フェライト粒の平均結晶粒径が大きすぎる場合、十分に高い疲労強度が得られず、さらに、渦電流損失の増加により鉄損が劣化する場合もある。従って、フェライト粒の平均結晶粒径は180μm以下とする。フェライト粒の平均結晶粒径の下限値は好ましくは30μm、50μm、または70μmである。フェライト粒の平均結晶粒径の上限値は好ましくは、170μm、160μm、または150μmである。なお、フェライト粒の平均結晶粒径は、JIS G 0551「鋼 - 結晶粒度の顕微鏡試験方法」に従って求めることができる。本実施形態に係る鋼板のフェライト粒の平均結晶粒径は、粒径測定が行われる切断面の方向によらず一定であるので、フェライト粒の平均粒径の測定の際に鋼板を切断する方向は、限定されない。

30

【 0 0 5 2 】

金属 C u 粒子の析出形態

本実施形態に係る鋼板の金属 C u 粒子とは、母材である F e と合金または金属間化合物を実質的に形成せず、ほぼ C u のみからなる粒子を意味する。本実施形態に係る鋼板のフェライト粒の内部には、平均粒径が2.0nm以上10.0nmであり、フェライト粒内で測定される個数密度が10,000～10,000,000/μm³である金属 C u 粒子が含まれる。さらに、前述の実験及びその結果から、本実施形態に係る鋼板においては、フェライト粒内に析出した金属 C u 粒子のうち2%以上が、9R構造を持つことと規定される。以下に、本実施形態に係る鋼板の金属 C u 粒子の状態について詳述する。

40

【 0 0 5 3 】

本実施形態に係る鋼板では、フェライト粒内の金属 C u 粒子の状態を規定し、フェライト粒界の金属粒子の状態は限定されない。本発明者らは、フェライト粒内の金属 C u 粒子は、本実施形態に係る鋼板の機械特性に大きく影響するが、フェライト粒界の金属 C u 粒子が、本実施形態に係る鋼板の機械特性に及ぼす影響は無視できる程度に小さいことを発

50

見した。フェライト粒内の金属Cu粒子の量が多すぎる場合、フェライト粒内の金属Cu粒子の量が減少するおそれがあるが、フェライト粒内の金属Cu粒子の状態が規定範囲内である限り、この問題は無視できる。従って、本実施形態に係る鋼板では、フェライト粒内の金属Cu粒子の状態のみを規定する。以下、用語「フェライト粒内の金属Cu粒子」を「金属Cu粒子」と略す場合がある。

【0054】

フェライト粒内の金属Cu粒子の平均粒径：2.0nm以上10.0nm以下

本実施形態に係る鋼板の金属Cu粒子は、転位の移動を妨げる手段として設けられる。しかしながら、粒径が小さすぎる金属Cu粒子は、転位の移動に対する抵抗力が小さい。従って、金属Cu粒子の平均粒径が小さすぎる場合、転位の移動が容易となる。一方、粒径が大きい金属Cu粒子は、転位の移動に対する抵抗力が大きい。金属Cu粒子の平均粒径が大きすぎる場合、金属Cu粒子の個数密度が減少するので、粒子間距離が大きくなり、転位の移動が容易となる。転位が容易に移動する場合、YP、TS、及び、FSが低下する。更に、粒子径が磁壁厚程度の100nm以上の金属Cu粒子は、磁壁移動を妨げ、ヒステリシス損失を増加させる。従って金属Cu粒子の平均粒径が大きすぎる場合、鉄損が不良となる。一方、本発明者らが調査した結果、金属Cu析出粒子の平均粒径を10.0nm以下とすれば、粒径100nm以上の金属Cu析出粒子による鉄損の不良は許容範囲内となることがわかった。それ故、金属Cu析出粒子の平均粒径は2.0nm以上、10.0nm以下とする。金属Cu析出粒子の平均粒径は、好ましくは2.2nm以上、より好ましくは2.4nm以上、更に好ましくは2.5nm以上である。また、金属Cu析出粒子の平均粒径は、好ましくは9.0nm以下、より好ましくは8.0nm以下、さらに好ましくは7.0nm以下である。

【0055】

なお、本実施形態に係る鋼板のフェライト粒内の金属Cu粒子の平均粒径とは、粒径2.0nm以上の全てのフェライト粒内の金属Cu粒子の円相当径の算術平均である。本実施形態では、金属Cu粒子の平均粒径は、透過型電子顕微鏡(TEM)の明視野像を用いて求める。像内の個々のCu粒子の面積を求め、その面積を持つ円の直径(円相当径)を、個々の粒子の径とみなす。粒径2.0nm未満の金属Cu粒子は、検出が困難であり、また、本実施形態に係る鋼板の特性にほぼ影響を与えないと考えられるので、計測対象とされない。

【0056】

フェライト粒内の金属Cu粒子の個数密度：10,000~10,000,000/ μm^3

単位体積当りの金属Cu粒子の個数は、Cu含有量と、析出処理前の状態と、析出サイズとに依存する。本実施形態に係る鋼板では、高い疲労強度を得るために、フェライト粒内の体積1 μm^3 当たりの金属Cu粒子の個数は10,000/ μm^3 以上とする。好ましくは100,000/ μm^3 以上、より好ましくは500,000/ μm^3 以上である。一方、金属Cu粒子の個数密度が大きすぎる場合、鋼板の磁気特性を劣化させるおそれがある。従って、フェライト粒内の金属Cu粒子の個数密度の下限値は10,000,000/ μm^3 以下とする。

【0057】

なお、本実施形態に係る鋼板のフェライト粒内の金属Cu粒子の個数密度とは、粒径2.0nm以上の全てのフェライト粒内の金属Cu粒子の個数密度である。粒径2.0nm未満の金属Cu粒子は、検出が困難であり、また、本実施形態に係る鋼板の特性にほぼ影響を与えないと考えられるので、計測対象とされない。本実施形態に係る鋼板のフェライト粒内の金属Cu粒子の個数密度Nは、電子顕微鏡観察像の面積をA、そこに観察されるCu粒子の数をn、その平均粒径(円相当径の算術平均)をdとしたとき、以下の数式に基づいて求められる。

$$N = n / (A \times d)$$

【0058】

10

20

30

40

50

フェライト粒内の粒径2.0nm以上の金属Cu粒子の個数密度に対する、フェライト粒内の9R構造を有する粒径2.0nm以上の金属Cu粒子の個数密度の割合(9R粒子率):2%~100%

フェライト粒内の粒径2.0nm以上の金属Cu粒子の個数密度に対する、フェライト粒内のBCC構造を有する粒径2.0nm以上の金属Cu粒子の個数密度の割合(BCC粒子率):0%~98%

上述されたように、本発明者らは、金属Cu粒子の結晶構造の種類が、転位の移動に対する金属Cu粒子の抵抗力に影響することを知見した。9R構造を有する金属Cu粒子(9R粒子)は、フェライト内の転位の移動に対する抵抗力が高い。何故なら、金属Cu粒子の周囲のフェライトの結晶構造はBCCだからである。転位は、結晶構造が異なる粒子の界面を通過しにくい。従って、9R粒子と、BCC構造を有するフェライトとの界面は、フェライト内での転位の移動に対する抵抗として働く。一方、BCC構造を有する金属Cu粒子(BCC粒子)とフェライトとの界面は、フェライト内を移動する転位に対する抵抗として働かない。従って、BCC粒子は、フェライト内の転位の移動に対する抵抗力が低い。

【0059】

転位の移動に対する抵抗となる粒子が多いほど、鋼板の疲労特性が高められる。本発明者らが実験した結果、9R粒子率が2%以上であれば、良好な疲労特性が得られることがわかった。従って、本実施形態に係る鋼板の9R粒子率は、2%以上とする。9R粒子率は、好ましくは10%以上、20%以上、または30%以上である。9R粒子率が100%となってもよい。一方、BCC粒子率が98%以上である場合、9R粒子率が少なすぎて、疲労強度が高くない。従って、BCC粒子率は98%以下とする。好ましくは、90%以下、80%以下、または70%以下である。BCC粒子率が0%であってもよい。

【0060】

なお、金属Cu粒子の結晶構造がFCCとなる場合もある。本発明者らが確認したところ、本実施形態に係る鋼板のフェライト内には、9R粒子と、BCC粒子と、FCC構造を有する金属Cu粒子(FCC粒子)とが混在することがあることがわかった。しかしながら、金属Cu粒子の平均粒径および個数密度が上述の範囲内である限り、フェライト粒内の粒径2.0nm以上の全ての金属Cu粒子の個数密度に対する、フェライト粒内の粒径2.0nm以上のFCC粒子の個数密度の割合(FCCの割合)は無視できる程度に小さい。また、9R粒子およびBCC粒子率が上述の範囲内である限り、鋼板の機械特性は優れる。従って、本実施形態に係る鋼板のFCCの割合は特に規定されない。

【0061】

このような金属Cu粒子は、前述したように、9R構造であり、マトリックスのフェライト相と半整合の状態となるため、転位によるカッティングが起こり難く、疲労強度が向上する。さらに、金属Cu粒子のサイズは、磁壁厚よりも一桁小さいので、磁気特性に与える影響は非常に小さい。

【0062】

次に、本実施形態に係る鋼板の製造方法について説明する。

【0063】

製造方法

本実施形態に係る無方向性電磁鋼板の製造方法は、上述の成分組成を有するスラブを加熱する工程と、スラブを熱間圧延して熱延鋼板を得る工程と、熱延鋼板を巻き取る工程と、熱延鋼板を冷間圧延して冷延鋼板を得る工程と、冷延鋼板に第一焼鈍をして、再結晶鋼板を得る工程と、再結晶鋼板に第二焼鈍をして、結晶粒内に金属Cu粒子を析出させる工程を有する。熱間圧延工程においては、仕上げ熱延開始温度FOTを1000以下とし、仕上げ熱延終了温度FTを900以下とする。巻取工程においては、巻取温度CTを500以下とする。第一焼鈍工程(再結晶工程)においては、均熱温度を850~1100とし、均熱時間を10秒以上とし、均熱終了後の800~400の温度範囲での

平均冷却速度を10 /秒以上とする。第二焼鈍工程(Cu析出工程)においては、均熱温度を450~650 とし、均熱時間を10秒以上とする。

【0064】

上述の製造方法は、第二焼鈍工程(Cu析出工程)に代えて、第一焼鈍工程後に冷延鋼板の温度を所定の温度範囲内に滞留させる工程を備えても良い。製造方法が滞留工程を備える場合、再結晶焼鈍工程における均熱後の冷却速度は規定されず、滞留工程においては、滞留温度を450~600 とし、滞留時間を10秒以上とする。

【0065】

上述の製造方法は、熱延鋼板に第三焼鈍をする工程をさらに備えても良い。製造方法が第三焼鈍工程を備える場合、第三焼鈍工程(熱延板焼鈍工程)では、均熱温度を750~1100 とし、均熱時間を10秒~5分とし、均熱後の800~400 の温度範囲での平均冷却速度を10 /秒以上とする。

10

【0066】

なお、「均熱温度」および「滞留温度」とは、鋼板が等温保持される温度のことであり、「均熱時間」および「滞留時間」とは、鋼板の温度が均熱温度または滞留温度である期間の長さのことである。また、「800~400 の温度範囲での平均冷却速度」とは、以下の式で求められる値のことである。

$$CR = (800 - 400) / t$$

上の式において、CRとは800~400 の温度範囲での平均冷却速度であり、tとは鋼板の温度を800 から400 まで低下させるために要した時間(秒)である。

20

【0067】

以下に、本実施形態に係る鋼板の製造方法について詳細に説明する。

【0068】

加熱工程

本実施形態に係る鋼板の製造方法においては、まず、本実施形態に係る鋼板と同じ成分組成を有するスラブを加熱する。スラブ加熱温度は1050~1200 が好ましい。スラブ加熱温度が1050 未満であると、熱間圧延が困難になる。スラブ加熱温度が1200 を超える場合、硫化物などが溶解し、熱延後の冷却過程で微細に析出し、冷延後の再結晶焼鈍で粒成長性が悪化し、良好な鉄損特性が得られない。

【0069】

熱間圧延工程(熱延工程)

次いで、加熱されたスラブを熱間圧延することにより熱延鋼板を得る。熱延工程では、仕上げ熱延開始温度F0Tおよび仕上げ熱延終了温度FTの制御が必須である。従来技術によれば、冷間圧延終了後の焼鈍によってCuを析出させた高強度低鉄損の無方向性電磁鋼板の製造方法において、熱延条件は鋼板特性に影響しないものと考えられていた。技術常識によれば、熱間圧延時の温度履歴がCuの析出に及ぼす影響は、鋼板が焼鈍される際に消滅するからである。従って、従来技術によれば、Cu析出型高強度無方向性電磁鋼板の製造方法における熱延条件は特に限定されず、製造設備の稼働効率を最大化するように選択されてきた。しかしながら、前述の実験とその結果で示したように、高い疲労強度FSを有する電磁鋼板を得るためには、熱延条件を厳格に制御することが重要である旨を本発明者らは知見した。Cu析出条件が同じであれば、仕上げ熱延開始温度F0T、仕上げ熱延終了温度FT、巻取温度CTが低いほど、鋼板の疲労強度FSは向上する。この理由は、以下のように考えられる。

30

40

【0070】

F0T、FT、及びCTが低いほど、熱延および巻取後のCuのフェライト粒界への析出は抑制され、最終的に機械強度に寄与するCuの量、即ち過飽和固溶状態のCuの量が増える。この場合、冷延後の再結晶焼鈍後もCuが再固溶し易くなり、その結果、再結晶焼鈍後の析出焼鈍で、金属Cu粒子が一層微細に析出し易くなると考えられる。更に、Cu析出条件が最適であると、カッティングされ難い9R粒子が形成される。この9R粒子によって、鋼板の疲労強度FSが上昇する。

50

【 0 0 7 1 】

熱間圧延の際の鋼板温度を低下させることは、圧延抵抗が増大し、熱間圧延装置の負荷が増大するので、製造設備の稼働効率を考慮すると好ましくない。しかしながら、鋼板の疲労強度 $F S$ を向上させるために、本実施形態に係る鋼板の製造方法では、仕上げ熱延開始温度 $F 0 T$ を $1 0 0 0$ 以下とする。仕上げ熱延開始温度 $F 0 T$ は、好ましくは $9 8 0$ 以下、または $9 5 0$ 以下である。しかし、仕上げ熱延開始温度 $F 0 T$ が低すぎる場合、圧延抵抗が過大となる。設備能力を考慮すると、仕上げ熱延開始温度 $F 0 T$ を $9 0 0$ 未満にすることは難しい。

【 0 0 7 2 】

さらに、本実施形態に係る鋼板の製造方法では、仕上げ熱延終了温度 $F T$ を $9 0 0$ 以下、又は $8 3 0$ 以下とする。ただし、仕上げ熱延終了温度 $F T$ が低すぎる場合、圧延抵抗が過大となる。設備能力を考慮すると、仕上げ熱延終了温度 $F T$ を $6 0 0$ 未満にすることは難しい。

【 0 0 7 3 】

熱延の仕上げ板厚は、 $2 . 7 \text{ mm}$ 以下が好ましい。板厚が $2 . 7 \text{ mm}$ 超である場合、冷間圧延の際の圧下率を増大させる必要が生じるおそれがあり、高い圧下率は、集合組織を劣化させるおそれがある。ただし、熱延の仕上げ板厚が薄すぎる場合、熱延が困難となり、生産性が低下する。従って、熱延の仕上げ板厚は $1 . 6 \text{ mm}$ 以上が好ましい。

【 0 0 7 4 】

巻取工程

次いで、熱間圧延された鋼板を巻き取る。上述したように、熱延鋼板の巻取温度 $C T$ は、それが低いほど過飽和状態の $C u$ 量が増え、最終製品の機械強度の上昇に寄与する。更に、 $C T$ が高いと、巻取り後のコイル内で $C u$ が析出し、熱延鋼板の靱性が低下する。従って、巻取温度 $C T$ は $5 0 0$ 以下とする。巻取温度 $C T$ は、好ましくは $4 7 0$ 以下であり、更に好ましくは $4 5 0$ 以下である。ただし、熱延鋼板の巻取温度 $C T$ が低すぎる場合、コイルの形状が劣化するので、巻取温度 $C T$ は $3 5 0$ 以上とする。

【 0 0 7 5 】

第三焼鈍工程（熱延板焼鈍工程）

電磁鋼板の集合組織を改善し、高い磁束密度を得るために、熱延鋼板を冷間圧延する前に、熱延鋼板に熱延板焼鈍を施してもよい。熱延板焼鈍における好ましい均熱温度は $7 5 0 \sim 1 1 0 0$ であり、均熱時間は $1 0$ 秒 \sim 5 分である。均熱温度が $7 5 0$ 未満、又は、均熱時間が $1 0$ 秒未満であると、集合組織を改善する効果が小さい。均熱温度が $1 1 0 0$ を超える場合、又は、均熱時間が 5 分を超える場合、消費エネルギーの上昇、付帯設備の劣化などで製造コストの上昇を招く。

【 0 0 7 6 】

また、冷延後、再結晶前の鋼板内の $C u$ を微細にし、冷延後の再結晶焼鈍時に $C u$ を再固溶させるために、熱延板焼鈍工程における $8 0 0 \sim 4 0 0$ の温度範囲では、平均冷却速度 $1 0$ / 秒以上で冷却する。熱延板焼鈍工程における平均冷却速度は $2 0$ / 以上、または $4 0$ / 秒以上が好ましい。熱延板焼鈍工程における平均冷却速度が速いことは、熱延焼鈍板の靱性の確保にもつながる。

【 0 0 7 7 】

冷間圧延工程（冷延工程）

更に、本実施形態に係る鋼板の製造方法では、熱延鋼板に冷間圧延を施して冷延鋼板とする。冷間圧延は 1 回で行ってもよいし、中間焼鈍を含む 2 回以上を行ってもよい。いずれにせよ、冷間圧延では、最終の圧下率を $6 0 \sim 9 0 \%$ 、好ましくは $6 5 \sim 8 2 \%$ とする。これにより、最終製品において、鋼板面に $\{ 1 1 1 \}$ 面が平行な結晶粒の割合が少なくなり、高磁束密度と低鉄損とを有する鋼板が得られる。

【 0 0 7 8 】

中間焼鈍の際の均熱温度は $9 0 0 \sim 1 1 0 0$ が好ましい。この場合も、均熱後の冷却では、 $8 0 0 \sim 4 0 0$ の温度範囲での平均冷却速度 $1 0$ / 秒以上とすることが望まし

10

20

30

40

50

い。

【0079】

第一焼鈍工程（再結晶工程）

更に、本実施形態に係る鋼板の製造方法においては、冷延鋼板に焼鈍を施し、冷延鋼板の組織を再結晶させる。再結晶工程では、鋼板の組織を再結晶させるとともに、Cuを溶体化する。フェライト粒の平均結晶粒径を30 μ m以上とするために、また、Cuを固溶させるために、再結晶工程における均熱温度は850以上とする。再結晶工程における均熱温度は、好ましくは950以上である。

【0080】

一方、均熱温度が高すぎると、エネルギー消費が大きくなり、また、ハースロールなどの付帯設備が傷み易くなる。従って、再結晶工程における均熱温度は1100以下とする。再結晶工程における均熱温度は、好ましくは1050以下である。

【0081】

再結晶工程における均熱時間は10秒以上とする。再結晶工程における均熱時間が不足した場合、フェライト粒が成長しないので鉄損が十分に低減されなくなる。また、本発明者らは、この場合に9R粒子率も不足することを確認した。一方、均熱時間が長すぎる場合、生産性が低下するので、再結晶工程における均熱時間は2分以下が好ましい。更に、再結晶工程における均熱後の冷却は、800から400までの温度範囲での平均冷却速度は10/秒以上とする。一旦固溶したCuを、再結晶工程における均熱後の冷却過程で析出させないためである。再結晶工程における均熱後の800から400までの温度範囲での平均冷却速度は、好ましくは20/秒以上である。再結晶工程における均熱後の800から400までの温度範囲での平均冷却速度が不足した場合、金属Cu粒子が析出し、後の工程で粗大化し、金属Cu粒子の個数密度が不足する。

【0082】

第二焼鈍工程（Cu析出工程）

本実施形態に係る鋼板の製造方法においては、再結晶工程で得られる再結晶鋼板をさらに焼鈍し、結晶粒内に金属Cu粒子を析出させる。フェライト粒内に析出する金属Cu粒子の平均粒径、個数密度、および結晶構造を上述した範囲内に制御するためには、Cu析出工程における均熱温度を450~650とし、均熱時間10秒以上とする必要がある。

【0083】

Cu析出工程の均熱温度が450未満である場合、金属Cu粒子が過剰に微細化され、9R粒子が析出しなくなる。この場合、実質的に全ての金属Cu粒子が、転位の移動に対する抵抗として働かないBCc粒子になる。Cu析出工程の均熱温度が650を超える場合、金属Cu粒子が粗大化し、金属Cu粒子の個数密度が不足する。Cu析出工程の均熱温度は、好ましくは500~625であり、より好ましくは525~600である。

【0084】

なお、図2および図3に示されるように、鋼板の引張強さを最大にするCu析出工程の均熱温度と、鋼板の疲労強度を最大にするCu析出工程の均熱温度とは、必ずしも一致しない。また、鋼板の引張強さまたは疲労強度を最大にするCu析出工程の均熱温度は、鋼板の熱延条件及び巻取条件に応じて変化する。特に鋼板の疲労強度を最大にするCu析出工程の均熱温度は、仕上げ熱延開始温度及び仕上げ温度、並びに巻取温度が低いほど、高くなると考えられる。鋼板に求められる強度の種類に応じて、また鋼板の熱延条件および巻取条件に応じて、Cu析出工程の均熱温度を適宜選択することが好ましい。

【0085】

また、フェライト粒内に析出する金属Cu粒子の平均粒径、個数密度、および結晶構造を上述した範囲内に制御するためには、Cu析出工程の均熱時間を10秒以上とする必要がある。Cu析出工程の均熱時間は、好ましくは30秒以上、より好ましくは40秒以上である。上記温度範囲であれば、バッチ焼鈍で数時間の均熱時間で第二焼鈍を行うことも

10

20

30

40

50

可能である。Cu析出工程の均熱温度及び均熱時間の最適条件は、鋼板の成分組成、特にCu含有量によって多少変化するが、概ね上記範囲に含まれる。

【0086】

本実施形態に係る鋼板の製造方法においては、再結晶焼鈍とCu析出焼鈍を一つの連続焼鈍ラインで同時に行うことができる。その場合、均熱温度を850以上、1050以下、均熱時間を10秒以上とし、冷却過程の600～450の温度域に鋼板が滞留する時間を10秒以上とする。

【0087】

本実施形態に係る鋼板の製造方法で得られた鋼板には、必要に応じて、絶縁皮膜を施し、高強度で低鉄損の無方向性電磁鋼板を得ることができる。

10

【実施例】

【0088】

次に、本発明の実施例について説明するが、実施例での条件は、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一条件例であり、本発明は、この一条件例に限定されるものではない。本発明は、本発明の要旨を逸脱せず、本発明の目的を達成する限りにおいて、種々の条件を採用し得るものである。

【0089】

全ての実験における発明例及び比較例の評価方法は、以下の通りとした。なお一部の比較例では、製造途中に割れまたは表面疵が発生し、その時点で製造工程を中止したので、評価を行えなかった。

20

【0090】

未再結晶組織を含まないフェライト粒の面積率は通常の金属組織を観察する方法で測定した。即ち、鋼板の断面を研磨後、ナイトール液などの腐食液で研磨面を腐食させると、再結晶しているフェライト粒は明るい無地の結晶粒として観察される。一方、未再結晶フェライト粒は、内部に不規則な暗い模様が観察される。従って、通常の金属組織を観察する方法で得られる組織写真に基づいて、全体に占める再結晶しているフェライト粒の面積割合(未再結晶組織を含まないフェライト粒の面積率)を求めた。

【0091】

未再結晶組織を含まないフェライト粒の平均結晶粒径は、JIS G 0551「鋼-結晶粒度の顕微鏡試験方法」に従って求めた。

30

【0092】

フェライト粒の内部の金属Cu粒子の個数密度、及び平均粒径は、透過型顕微鏡写真を撮影し先に記述した方法で求めた。なお、粒径2.0nm未満の金属Cu粒子は測定対象外とした。

【0093】

9R粒子率及びBCC粒子率は、透過電子顕微鏡観察の明視野像と電子線回折像とに含まれる粒子の構造を特定し、それら粒子の個数割合を測定することにより求めた。なお、粒径2.0nm未満の金属Cu粒子は測定対象外とした。

【0094】

降伏応力YSおよび引張強さTSの測定は、JIS Z 2241「金属材料引張試験方法」に従って行われた。試験片はJIS 5号試験片あるいはJIS 13号B試験片とした。YSが450MPa以上である例は、降伏応力が優れた例とみなされ、TSが550MPa以上である例は、引張強さが優れた例とみなされた。

40

【0095】

FSの測定方法は、JIS Z 2273「金属材料の疲れ試験方法通則」に従って行われた。図1-1および図1-2に示す疲労試験片を評価用鋼板から切り出し、部分片振り引張りで疲労試験を行った。疲労試験片の長手方向は、評価用鋼板の圧延方向に一致させた。疲労試験では、最低荷重を3kgfで一定とし、周波数を20Hzとし、繰返し応力回数200万回で破断しない場合の最大応力を、評価用鋼板の疲労強度FSとした。FSが300MPa以上である例は、疲労強度強さが優れた例とみなされた。

50

【 0 0 9 6 】

$W_{10/400}$ 及び B_{50} の測定は、J I S C 2 5 5 6 「電磁鋼板単板磁気特性試験方法」に従って行われた。 $W_{10/400}$ が 2.2 W/kg 以下である例は、鉄損が優れた例とみなされた。 B_{50} が 1.55 T 以上である例は、磁束密度が優れた例とみなされた。

【 実施例 1 】

【 0 0 9 7 】

表 4 - 1 に示す成分組成の鋼を真空溶解して鑄造することにより鑄片を製造し、該鑄片を 1150 に加熱して、仕上げ熱延開始温度 930 で熱間圧延に供し、仕上げ温度 850 で熱延を終了し、仕上げ厚 2.3 mm の熱延鋼板を巻取温度 400 で巻き取った。

10

【 0 0 9 8 】

その後、上記熱延鋼板に、均熱温度 1000 、均熱時間 30 秒の熱延板焼鈍を施してから、上記熱延鋼板を冷間圧延に供し、 0.35 mm の冷延鋼板を得た。

【 0 0 9 9 】

上記冷延鋼板に、均熱温度 1000 、均熱時間 30 秒、 800 から 400 までの平均冷却速度 20 / 秒の再結晶焼鈍を施し、次いで、均熱温度 550 、均熱時間 60 秒の Cu 析出焼鈍を施し、無方向性電磁鋼板を得た。

【 0 1 0 0 】

得られた電磁鋼板の、フェライト粒の平均結晶粒径（平均結晶粒径）、フェライト粒の内部の金属 Cu 粒子の平均粒径、個数密度、結晶構造、 9R 粒子率、及び BCC 粒子率を表 4 - 2 に示し、機械特性（降伏強さ YS 、引張強さ TS 、及び疲労強度 FS ）と磁気特性（鉄損 $W_{10/400}$ 、及び磁束密度 B_{50} ）とを、表 4 - 3 に示す。なお、全ての例の金属組織における未再結晶組織を含まないフェライトの面積率は 99.0 面積% 以上であった。

20

【 0 1 0 1 】

【表 4 - 1】

	鋼No.	化学組成(質量%)							
		C	Si	Mn	Al	Cu	Ni	Ca	REM
発明例	A1	0.0034	2.99	0.22	0.65	1.20	-	-	-
	A2	0.0013	2.20	0.24	0.33	1.30	-	-	-
	A3	0.0020	3.40	0.19	0.29	1.50	-	-	-
	A4	0.0018	2.65	0.08	0.95	1.24	-	-	-
	A5	0.0022	2.95	0.40	0.32	1.52	-	-	-
	A6	0.0020	2.86	0.21	0.30	1.18	-	-	-
	A7	0.0018	1.10	0.22	2.70	1.22	-	-	-
	A8	0.0017	2.92	0.21	0.71	0.81	-	-	-
	A9	0.0014	2.96	0.22	0.68	1.80	-	-	-
	A10	0.0014	2.96	0.19	0.69	1.16	-	-	-
	A11	0.0015	2.96	0.20	0.68	1.20	1.20	-	-
	A12	0.0014	2.96	0.20	0.70	1.20	1.20	-	0.0070
	A13	0.0015	2.96	0.20	0.69	1.21	-	-	0.0065
	A14	0.0014	2.96	0.19	0.69	1.21	-	0.0010	0.0040
比較例	B1	<u>0.0150</u>	2.96	0.24	0.66	1.22	-	-	-
	B2	0.0030	<u>0.50</u>	0.25	0.34	1.23	-	-	-
	B3	0.0024	<u>4.60</u>	0.25	0.33	1.22	-	-	-
	B4	0.0025	2.90	<u>0.03</u>	0.32	1.18	-	-	-
	B5	0.0031	3.30	<u>1.40</u>	1.20	1.16	-	-	-
	B6	0.0085	2.89	0.24	<u>0.03</u>	1.15	-	-	-
	B7	0.0020	2.90	0.23	<u>3.50</u>	1.15	-	-	-
	B8	0.0023	2.93	0.32	0.35	<u>0.20</u>	-	-	-
	B9	0.0024	2.95	0.28	0.33	<u>2.40</u>	-	-	-

10

20

30

【 0 1 0 2 】

【表4 - 2】

	鋼No.	平均 結晶粒 径 [μm]	フェライト粒の内部の金属Cu粒子				
			平均粒 径 [nm]	個数密度 [個/ μm^3]	結晶構造	9R 粒子 率	BCC 粒子 率
発明例	A1	73	2.2	1840000	BCC+9R	5%	95%
	A2	103	2.9	873000	BCC+9R	10%	90%
	A3	75	2.5	1570000	BCC+9R	7%	93%
	A4	74	2.6	1120000	BCC+9R	7%	93%
	A5	82	2.8	1110000	BCC+9R	11%	89%
	A6	83	2.3	1610000	BCC+9R	4%	96%
	A7	79	2.5	1250000	BCC+9R	10%	90%
	A8	93	2.1	1410000	BCC+9R	2%	98%
	A9	72	3.6	1200000	BCC+9R	32%	68%
	A10	88	2.4	1420000	BCC+9R	8%	92%
	A11	85	2.8	895000	BCC+9R	15%	85%
	A12	110	2.7	1030000	BCC+9R	15%	85%
	A13	120	2.8	850000	BCC+9R	15%	85%
	A14	125	2.7	998000	BCC+9R	18%	82%
比較例	B1	63	4.1	599000	BCC+9R	22%	78%
	B2	52	観察できず				
	B3	冷間圧延中に割れ発生					
	B4	62	2.5	1250000	BCC+9R	7%	93%
	B5	冷間圧延中に割れ発生					
	B6	24	2.5	1040000	BCC+9R	9%	91%
	B7	冷間圧延中に割れ発生					
	B8	89	観察できず				
	B9	熱間圧延中に表面疵発生					

10

20

30

【0103】

【表 4 - 3】

	鋼No.	特性				
		YS [MPa]	TS [MPa]	FS [MPa]	W _{10/400} [W/kg]	B ₅₀ [T]
発明例	A1	620	740	530	18.9	1.56
	A2	520	550	390	21.2	1.68
	A3	670	770	540	16.8	1.62
	A4	620	690	490	18.3	1.63
	A5	640	730	500	17.2	1.64
	A6	575	610	480	18.9	1.65
	A7	610	710	490	19.4	1.60
	A8	580	620	420	17.2	1.65
	A9	690	810	605	18.6	1.62
	A10	600	720	510	17.4	1.64
	A11	610	690	520	16.2	1.63
	A12	590	630	450	17.0	1.65
	A13	580	620	450	16.5	1.63
	A14	570	590	430	19.3	1.66
比較例	B1	610	720	510	<u>24.3</u>	1.62
	B2	<u>290</u>	<u>410</u>	<u>200</u>	<u>23.2</u>	1.71
	B3	冷間圧延中に割れ発生				
	B4	600	700	480	<u>22.2</u>	1.61
	B5	冷間圧延中に割れ発生				
	B6	610	700	490	<u>23.5</u>	1.60
	B7	冷間圧延中に割れ発生				
	B8	<u>440</u>	<u>535</u>	<u>295</u>	18.2	1.65
	B9	熱間圧延中に表面疵発生				

【0104】

化学組成が本発明の規定範囲内である発明例 A 1 ~ A 1 4 は、良好な機械特性と良好な鉄損特性との両方を有した。

【0105】

一方、C 含有量が過剰であった比較例 B 1 は、鉄損が十分に低減されなかった。

Si 含有量が不足した比較例 B 2 は、析出強化が生じなかったので機械強度が損なわれ、さらに鉄損が増大した。

Si 含有量が過剰であった比較例 B 3 は、脆化によって圧延性が低下し、冷間圧延中に割れが生じた。

Mn 含有量が不足した比較例 B 4 は、鉄損が十分に低減されなかった。

Mn 含有量が過剰であった比較例 B 5 は、脆化によって圧延性が低下し、冷間圧延中に割れが生じた。

10

20

30

40

50

A 1 含有量が不足した比較例 B 6 は、鉄損が十分に低減されなかった。

A 1 含有量が過剰であった比較例 B 7 は、脆化によって圧延性が低下し、冷間圧延中に割れが生じた。

C u 含有量が不足した比較例 B 8 は、金属 C u 粒子がフェライト粒内に十分に析出せず、析出強化が生じなかったため、機械特性が不足した。

C u 含有量が過剰であった比較例 B 9 は、熱間圧延中に鋼板表面に疵が生じた。

【実施例 2】

【0106】

表 4 - 1 に示す鋼 No. A 1 0 の化学成分を有する鋼に、表 5 - 1 に示す条件の製造方法を適用して、無方向性電磁鋼板の発明例および比較例を得た。これら発明例及び比較例のフェライト粒の平均結晶粒径、金属 C u 粒子の平均粒径、個数密度、結晶構造、9 R 粒子率及び B C C 粒子率を表 5 - 2 に示す。これら発明例及び比較例の機械特性と磁気特性とを表 5 - 3 に示す。なお、全ての電磁鋼板の金属組織における未再結晶組織を含まないフェライトの面積率は 99.0 面積%以上であった。

【0107】

【 表 5 - 1 】

符号	熱延				巻取	熱延板焼鈍			再結晶焼鈍		滞留	Cu析出焼鈍		
	スラブ加熱温度 [°C]	仕上げ熱延開始温度 F0T [°C]	仕上温度 FT [°C]	仕上厚 [mm]		均熱温度 [°C]	均熱時間 [sec]	800-400°C冷却速度 [°C/sec]	均熱温度 [°C]	均熱時間 [sec]		800-400°C冷却速度 [°C/sec]	均熱温度 [°C]	均熱時間 [sec]
実施例	C1	1130	990	890	2.3	490			1000	30	40		550	30
	C2	1090	910	820	2.3	410			1080	10	50		550	30
	C3	1090	930	820	2.3	410			870	60	40		550	30
	C4	1090	920	820	2.3	410			1000	30	12		550	30
	C5	1090	920	820	2.3	410			1000	30	40		550	30
	C6	1090	930	820	2.3	410			1000	30	40		550	60
	C7	1090	920	820	2.3	410			1000	30	40		630	10
	C9	1090	920	820	2.3	410			1000	30	-	20		
	C10	1090	920	820	2.3	410			1000	30	-	10		
	C11	1120	910	850	2.3	450	1050	15	45	1000	30	26	550	30
	C12	1120	960	850	2.3	450	820	60	40	1000	30	26	550	30
	C13	1120	930	850	2.3	450	1000	120	15	1000	30	26	550	30
	C14	1120	910	850	2.3	450	1000	45	40	1000	30	26	550	30
	比較例	D1	1160	1030	950	2.3	700			1000	30	40		550
D2		1120	1020	850	2.3	450			800	30	20		550	30
D3		1050	1010	850	2.3	450			1120	90	20		550	30
D4		1120	990	850	3.3	450			870	5	20		550	30
D5		1120	1000	850	4.3	450			1000	30	4		550	30
D6		1120	980	850	2.3	450			1000	30	20		550	1
D7		1120	990	850	2.3	450			1000	30	40		400	30
D8		1120	1000	850	2.3	450			1000	30	40		720	30
D9		1120	1000	850	2.3	450			1000	30	-	5		

10

20

30

40

【 0 1 0 8 】

【表 5 - 2】

	符号	平均 結晶粒径 [μm]	フェライト粒の内部の金属Cu粒子				
			平均粒径 [nm]	個数密度 [個/ μm^3]	結晶構造	9R 粒子 率	BCC 粒子 率
実施例	C1	90	2.3	4840000	BCC+9R	2%	98%
	C2	163	2.5	3770000	BCC+9R	4%	96%
	C3	32	2.7	2990000	BCC+9R	4%	96%
	C4	81	2.4	4260000	BCC+9R	5%	95%
	C5	82	2.6	3350000	BCC+9R	8%	92%
	C6	80	4.5	646923	BCC+9R	29%	71%
	C7	84	7.8	124000	BCC+9R	62%	38%
	C9	80	2.5	3770000	BCC+9R	3%	97%
	C10	78	2.1	6360000	BCC+9R	2%	98%
	C11	82	2.3	4840000	BCC+9R	4%	96%
	C12	85	2.7	2990000	BCC+9R	5%	95%
	C13	80	2.5	3770000	BCC+9R	4%	96%
	C14	88	2.4	4260000	BCC+9R	5%	95%
	比較例	D1	83	2.4	684000	BCC	0%
D2		15	2.2	1700000	BCC+9R	2%	98%
D3		240	2.8	895000	BCC+9R	4%	96%
D4		18	2.2	1900000	BCC+9R	1%	99%
D5		77	18.0	3370	9R+FCC	5%	0%
D6		79	観察できず				
D7		78	観察できず				
D8		80	28.0	905	9R+FCC	1%	0%
D9		82	観察できず				

10

20

30

【 0 1 0 9 】

【表 5 - 3】

	符号	製品特性				
		YS [MPa]	TS [MPa]	FS [MPa]	W _{10/400} [W/kg]	B ₅₀ [T]
実施例	C1	590	700	500	17.3	1.59
	C2	540	680	450	18.2	1.57
	C3	640	750	550	19.0	1.61
	C4	580	680	470	18.0	1.59
	C5	610	740	510	17.6	1.59
	C6	620	750	520	17.6	1.59
	C7	580	690	460	17.5	1.59
	C9	580	690	470	17.5	1.59
	C10	590	700	480	17.7	1.59
	C11	615	720	500	17.6	1.65
	C12	600	720	500	17.5	1.61
	C13	600	710	510	17.8	1.64
	C14	600	720	510	17.4	1.64
	比較例	D1	<u>400</u>	<u>520</u>	<u>290</u>	17.6
D2		590	690	480	<u>23.1</u>	1.61
D3		<u>420</u>	<u>480</u>	<u>290</u>	21.0	<u>1.51</u>
D4		590	690	470	<u>25.0</u>	1.58
D5		<u>440</u>	<u>490</u>	<u>280</u>	21.5	1.59
D6		<u>390</u>	<u>490</u>	330	17.5	1.59
D7		<u>380</u>	<u>490</u>	320	17.9	1.58
D8		460	<u>510</u>	340	<u>23.4</u>	1.59
D9		<u>380</u>	<u>450</u>	310	17.5	1.59

【0110】

製造条件が本発明の規定範囲内である発明例 C 1 ~ C 1 4 は、良好な機械特性と良好な鉄損特性の両方を有した。

【0111】

一方、仕上げ熱延開始温度 F 0 T、仕上げ熱延終了温度 F T、及び巻取温度 C T が高すぎた比較例 D 1 は、9 R 粒子率が不足したので、疲労強度が不足した。

仕上げ熱延開始温度 F 0 T が高すぎ、且つ再結晶焼鈍における均熱温度が不足した比較例 D 2 は、フェライト粒が微細化され過ぎたので、鉄損が十分に低減されなかった。

仕上げ熱延開始温度 F 0 T 及び再結晶焼鈍における均熱温度が高すぎた比較例 D 3 は、フェライト粒の平均粒径が粗大化したので、機械強度が損なわれ、さらに磁気特性も不良であった。

再結晶焼鈍における温度が低く、均熱時間も不足した比較例 D 4 は、フェライト粒が微細化され過ぎたので、鉄損が十分に低減されなかった。

再結晶焼鈍における均熱後の冷却速度が不足した比較例 D 5 は、金属 C u 粒子が粗大化し、金属 C u 粒子の個数密度が不足したので、機械強度が損なわれた。また粗大 C u 粒子が磁壁移動を妨げるので、比較例 D 5 は鉄損も十分に低減されなかった。

C u 析出焼鈍における均熱時間が不足した比較例 D 6 は、析出強化効果を有する金属 C u 粒子が析出しなかったので、機械強度が損なわれた。

Cu析出焼鈍における均熱温度が低すぎた比較例D7は、析出強化効果を有する金属Cu粒子が析出しなかったため、機械強度が損なわれた。

Cu析出焼鈍における均熱温度が高すぎた比較例D8は、金属Cu粒子が粗大化し、金属Cu粒子の個数密度が不足したため、機械強度が損なわれた。また、粗大化したCuがヒステリシス損失を劣化させたため、比較例D8は鉄損も十分に低減されなかった。

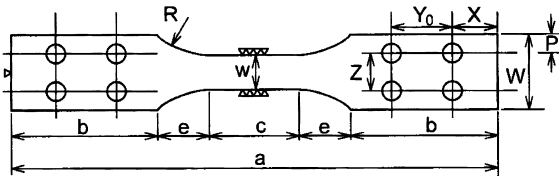
滞留工程における滞留時間が不足した比較例D9は、Cu析出焼鈍における均熱時間が不足した比較例D6と同様に、析出強化効果を有する金属Cu粒子が析出しなかったため、機械強度が損なわれた。

【産業上の利用可能性】

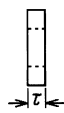
【0112】

前述したように、本発明によれば、低鉄損で、かつ、疲労特性に優れた無方向性電磁鋼板を製造し提供することができる。本発明の無方向背電磁鋼板は、モータの回転数の高速化、及びモータの高効率化に大きく寄与できるものであるため、本発明は、産業上の利用可能性が高いものである。

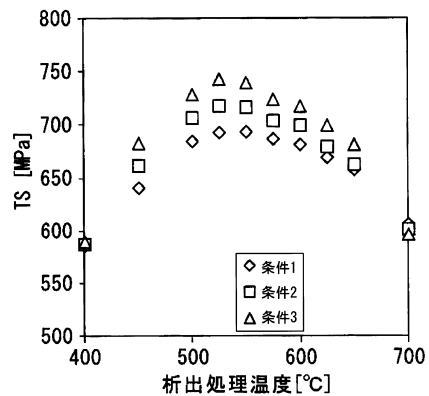
【図1-1】



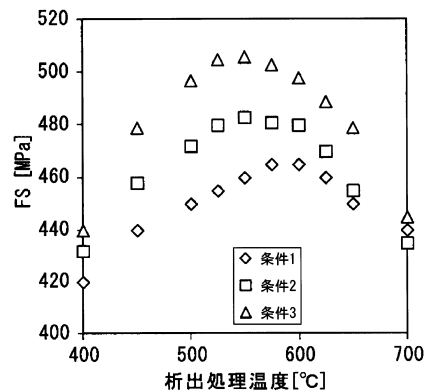
【図1-2】



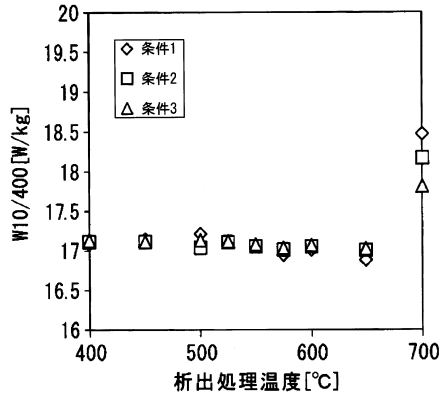
【図2】



【図3】



【 図 4 】



フロントページの続き

- (72)発明者 松井 伸一
東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新日鐵住金株式会社内
- (72)発明者 金尾 真一
東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新日鐵住金株式会社内
- (72)発明者 荒牧 毅郎
東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新日鐵住金株式会社内
- (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 新日鐵住金株式会社内

審査官 佐藤 陽一

- (56)参考文献 国際公開第2013/024899(WO, A1)
特開2011-006721(JP, A)
特開2005-344179(JP, A)
特開2010-024509(JP, A)
国際公開第2005/033349(WO, A1)
特開2007-031754(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C22C 38/00 - 38/60
C21D 8/12, 9/46