(19)国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 112654723 B
(45)授权公告日 2023.04.04

(21)申请号 201980057378.6
(22)申请日 2019.11.01
(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 112654723 A
(43)申请公布日 2021.04.13
(30)优先权数据
2018-206970 2018.11.02 JP
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2021.03.02
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2019/043021 2019.11.01
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2020/091039 JA 2020.05.07
(73)专利权人 日本制铁株式会社
地址 日本东京都
(72)发明人 屋铺裕义 名取义显 富田美穗 竹田和年 松本卓也
(74)专利代理机构 北京天达共和知识产权代理事务所(特殊普通合伙) 11586
专利代理师 张嵩 薛仑
(51)Int.Cl.
C21D 8/12(2006.01)
C22C 38/00(2006.01)
C22C 38/60(2006.01)
H01F 1/147(2006.01)
(56)对比文件
WO 2018179871 A1,2018.10.04
WO 2018147044 A1,2018.08.16
JP 2011256426 A,2011.12.22
CN 105950960 A,2016.09.21
JP 2011246810 A,2011.12.08
CN 105378130 A,2016.03.02
CN 106661686 A,2017.05.10
审查员 李海丽
权利要求书1页 说明书12页

(54)发明名称

无取向电磁钢板

(57)摘要

该无取向电磁钢板具有母材满足式[Si+sol.Al+0.5×Mn≧4.3]的规定的化学组成,所述母材的平均结晶粒径高于40μm且在120μm以下。

CN 112654723 B

1.一种无取向电磁钢板，

母材的化学组成以质量%计为：

C:0.0050%以下；

Si:高于3.7%且在4.2%以下；

Mn:高于0.2%且在1.5%以下；

sol.Al:0.05～0.45%；

P:0.030%以下；

S:0.0030%以下；

N:0.0030%以下；

Ti:小于0.0050%；

Nb:小于0.0050%；

Zr:小于0.0050%；

V:小于0.0050%；

Cu:小于0.200%；

Ni:小于0.500%；

Sn:0～0.100%；

Sb:0～0.100%;以及

剩余部分:Fe以及杂质，

满足下述(i)式，

所述母材的平均结晶粒径高于40μm且在120μm以下，

Si+sol.Al+0.5×Mn≧4.3・・・(i)

其中,上述式中的元素符号是各元素的质量%的含量，

所述取向电磁钢板的板厚高于0.30mm、且在0.35mm以下时,铁损$W_{10/400}$为16.0W/kg以下且磁通密度B_{50}为1.60T以上;板厚高于0.25mm、且在0.30mm以下时,铁损$W_{10/400}$为15.0W/kg以下且磁通密度B_{50}为1.60T以上;板厚高于0.20mm、且在0.25mm以下时,铁损$W_{10/400}$为13.0W/kg以下且磁通密度B_{50}为1.60T以上;板厚为0.20mm以下时,铁损$W_{10/400}$为12.0W/kg以下且磁通密度B_{50}为1.59T以上，

所述取向电磁钢板的拉伸强度为600MPa以上。

2.根据权利要求1所述的无取向电磁钢板，

所述化学组成以质量%计,含有从Sn:0.005～0.100%;以及

Sb:0.005～0.100%；

中选择的一种或两种。

3.根据权利要求1或2所述的无取向电磁钢板,在所述母材的表面具有绝缘被膜。

无取向电磁钢板

技术领域

[0001] 本发明涉及无取向电磁钢板。

[0002] 本申请基于2018年11月2日在日本提交的特愿2018-206970号主张优先权，将其内容援引至此。

背景技术

[0003] 近年来，地球环境问题受到关注，对节能措施的要求越来越高。对节能措施的要求中，强烈要求电气设备的高效化。因此，即使在作为电机或发电机等的铁芯材料广泛使用的无取向电磁钢板中，对磁特性的提高的要求进一步增强。在电动汽车以及混合动力汽车用的驱动电机以及空调的压缩机用电机中，该倾向显著。

[0004] 上述那样的各种电机的电机磁芯由作为固定子的定子以及作为旋转子的转子构成。构成电机磁芯的定子及转子所要求的特性是彼此不同的。对于定子，要求优异的磁特性(低铁损及高磁通密度)，尤其是低铁损，相对于此，对转子要求优异的机械特性(高强度)。

[0005] 定子和转子所要求的特性不同，因此通过分开制作定子用的无取向电磁钢板和转子用的无取向电磁钢板，可以实现希望的特性。然而，准备两种无取向电磁钢板引起成品率的降低。因此，为了实现转子所要求的高强度，并且实现定子所要求的低铁损而无需进行去应力退火，以往就开始研究强度优异且磁特性也优异的无取向电磁钢板。

[0006] 例如，在专利文献1～3中，进行了为了实现优异的磁特性和高强度的尝试。另外，在专利文献4中，还进行了为了实现优异的磁特性和高强度，并且降低特性偏差的尝试。

[0007] 现有技术文献

[0008] 专利文献

[0009] 专利文献1:日本国特开2004-300535号公报

[0010] 专利文献2:日本国特开2007-186791号公报

[0011] 专利文献3:日本国特开2012-140676号公报

[0012] 专利文献4:日本国特开2010-90474号公报

发明内容

[0013] 发明要解决的技术问题

[0014] 然而，近年来，为了实现电动汽车或混合动力汽车的电机所要求的节能特性，在专利文献1～3所公开的那样的技术中，作为定子材料的低铁损化是不充分的。另外，在专利文献4中，通过在低温区域进行最终退火使再结晶粒细微化，因此磁滞损耗增大，与专利文献1～3同样地，存在作为定子材料其低铁损化不充分的问题。

[0015] 本发明是为了解决这样的问题而得到的，其目的在于提供具有高强度及优异的磁特性的无取向电磁钢板。

[0016] 用于解决技术问题的技术手段

[0017] 本发明以下述的无取向电磁钢板为宗旨。

[0018] (1)本发明的一方案的无取向电磁钢板,母材的化学组成以质量%计为:

[0019] C:0.0050%以下;

[0020] Si:高于3.7%且在5.0%以下;

[0021] Mn:高于0.2%且在1.5%以下;

[0022] sol.Al:0.05～0.45%;

[0023] P:0.030%以下;

[0024] S:0.0030%以下;

[0025] N:0.0030%以下;

[0026] Ti:小于0.0050%;

[0027] Nb:小于0.0050%;

[0028] Zr:小于0.0050%;

[0029] V:小于0.0050%;

[0030] Cu:小于0.200%;

[0031] Ni:小于0.500%;

[0032] Sn:0～0.100%;

[0033] Sb:0～0.100%;以及

[0034] 剩余部分:Fe及杂质,

[0035] 满足下述(i)式,

[0036] 所述母材的平均结晶粒径为高于40μm并且在120μm以下,

[0037] $Si+sol.Al+0.5\times Mn\geqq 4.3$ • • • (i)

[0038] 其中,上述式中的元素符号是各元素的含量(质量%)。

[0039] (2)也可以是,上述(1)所述的无取向电磁钢板,拉伸强度为600MPa以上。

[0040] (3)也可以是,上述(1)或(2)所述的无取向电磁钢板,所述化学组成以质量%计,含有从

[0041] Sn:0.005～0.100%;以及

[0042] Sb:0.005～0.100%

[0043] 中选择的一种或两种。

[0044] (4)也可以是,上述(1)～(3)的任一项所述的无取向电磁钢板,在所述母材的表面具有绝缘被膜。

[0045] 发明效果

[0046] 根据本发明的上述方案,可以得到具有高强度及优异的磁特性的无取向电磁钢板。

具体实施方式

[0047] 本发明的发明者们为了解决上述课题,进行了深入研究,最终得到以下的见解。

[0048] Si、Mn及Al是具有使钢的电阻上升以使涡流损耗降低的效果的元素。另外,这些元素是也有助于钢的高强度化的元素。

[0049] Si、Mn以及Al之中,Si是最有效地有助于电阻的上升的元素。Al也与Si同样,具有有效地使电阻上升的效果。另一方面,Mn相比于Si以及Al使电阻上升的效果稍低。

[0050] 根据以上情况，在本实施方式中，通过将Si、Al及Mn的含量调整到适当的范围内，从而达成高强度化及磁特性的提高。

[0051] 并且，在本实施方式中，为了改善高强度化及磁特性，晶粒直径的控制也很重要。出于高强度化的观点，期待钢中的晶粒为细粒。

[0052] 另外，为了提高无取向电磁钢板的磁特性，需要改善高频铁损。铁损主要由磁滞损耗和涡流损耗构成。在此，为了降低磁滞损耗而优选晶粒粗大化，为了降低涡流损耗而优选晶粒细微化。即，两者之间存在权衡的关系。

[0053] 因此，本发明的发明者们进一步反复研究，最终发现：存在用于达成高强度化以及磁特性改善的优选的粒径的范围。

[0054] 本发明是基于上述见解而得到的。下面，针对本发明的优选的实施方式详细地进行说明。其中，本发明并不局限于本实施方式中公开的结构，在不脱离本发明的宗旨的范围内可以进行各种变更。

[0055] 1.整体结构

[0056] 本实施方式的无取向电磁钢板具有高强度，且具有优异的磁特性，因此适用于定子及转子双方。另外，优选地，本实施方式的无取向电磁钢板在以下说明的母材的表面包括绝缘被膜。

[0057] 2.母材的化学组成

[0058] 在本实施方式的无取向电磁钢板的母材的化学组成中，各元素的限定理由如下所述。此外，在以下的说明中关于含量的“%”表示“质量%”。对于中间用“～”记载的数值限定范围，下限值及上限值包含在该范围中。

[0059] C:0.0050％以下

[0060] C(碳)是引起无取向电磁钢板的铁损变差的元素。C含量超过0.0050％时，无取向电磁钢板的铁损变差，不能得到良好的磁特性。因此，C含量设为0.0050％以下。C含量优选为0.0040％以下，较优选0.0035％以下，更加优选0.0030％以下。此外，C有助于无取向电磁钢板的高强度化，因此在想要获得该效果时，C含量优选为0.0005％以上，较优选0.0010％以上。

[0061] Si:高于3.7％且在5.0％以下

[0062] Si(硅)是使钢的电阻上升以降低涡流损耗并改善无取向电磁钢板的高频铁损的元素。另外，Si由于固溶强化能力较大，因此是对无取向电磁钢板的高强度化也有效的元素。为了获得这些效果，Si含量设为高于3.7％。Si含量优选为3.8％以上，较优选为3.9％以上，更加优选为高于4.0％。另一方面，Si含量过剩时，加工性显著变差，难以实施冷轧。因此，Si含量设为5.0％以下。Si含量优选为4.8％以下，较优选为4.5％以下。

[0063] Mn:高于0.2％并且在1.5％以下

[0064] Mn(锰)是使钢的电阻上升以降低涡流损耗并对于改善无取向电磁钢板的高频铁损有效的元素。另外，在Mn含量过低的情况下，不仅电阻的上升效果小，还存在由于细微的硫化物(MnS)在钢中析出从而最终退火时晶粒不会充分地成长的情况。因此，Mn含量设为高于0.2％。Mn含量优选为0.3％以上，较优选为0.4％以上。另一方面，Mn含量过剩时，无取向电磁钢板的磁通密度的降低变得显著。因此，Mn含量设为1.5％以下。Mn含量优选为1.4％以下，较优选为1.2％以下。

[0065] sol.Al:0.05～0.45%

[0066] Al(铝)是通过使钢的电阻上升从而降低涡流损耗并具有改善无取向电磁钢板的高频铁损的效果的元素。另外,Al虽然未达到Si的程度,但也是通过固溶强化而有助于无取向电磁钢板的高强度化的元素。为了获得这些效果,sol.Al含量设为0.05%以上。sol.Al含量优选为0.10%以上,较优选为0.15%以上。另一方面,sol.Al含量过剩时,无取向电磁钢板的磁通密度显著降低。因此,sol.Al含量设为0.45%以下。sol.Al含量优选为0.40%以下,较优选0.35%以下,更加优选0.30%以下。此外,在本实施方式中,所谓sol.Al含量,表示sol.Al(酸可溶Al)的含量。

[0067] 在本实施方式中,通过适当地控制Si、Al及Mn的含量,确保钢的电阻。另外,出于确保强度的观点,也需要适当控制Si、Al及Mn的含量。因此,Si、Al及Mn的含量分别在上述的范围内,除此之外,还需要满足下述(i)式。下述(i)式的左边的值优选为4.4以上,较优选4.5以上。

[0068] $Si+sol.Al+0.5\times Mn\geqq 4.3$ ・・・(i)

[0069] 其中,上述式中的元素符号是各元素的含量(质量%)。

[0070] P:0.030%以下

[0071] P(磷)作为杂质含在钢中,其含量过剩时,无取向电磁钢板的延展性显著降低。因此,P含量设为0.030%以下。P含量优选为0.025%以下,较优选0.020%以下。P含量优选为0%,但P含量极端的降低有时引起制造成本的增加,因此P含量也可以设为0.003%以上。

[0072] S:0.0030%以下

[0073] S(硫)是通过形成MnS的细微析出物从而使铁损增加并使无取向电磁钢板的磁特性劣化的元素。因此,S含量设为0.0030%以下。S含量优选为0.0020%以下,较优选为0.0015%以下。此外,S含量极端的降低有时引起制造成本的增加,因此S含量优选为0.0001%以上,较优选为0.0003%以上,更加优选为0.0005%以上。

[0074] N:0.0030%以下

[0075] N(氮)是不可避免地混入钢中的元素,是形成氮化物而增加铁损并使无取向电磁钢板的磁特性劣化的元素。因此,N含量为0.0030%以下。N含量优选为0.0025%以下,较优选0.0020%以下。此外,N含量极端的降低有时会引起制造成本的增加,因此N含量优选为0.0005%以上。

[0076] Ti:小于0.0050%

[0077] Ti(钛)是不可避免地混入钢中的元素,可与碳或氮结合而形成析出物(碳化物、氮化物)。在形成有碳化物或氮化物时,这些析出物其本身使无取向电磁钢板的磁特性劣化。并且,阻碍最终退火中的晶粒的成长,使无取向电磁钢板的磁特性劣化。因此,Ti含量设为小于0.0050%。Ti含量优选为0.0040%以下,较优选为0.0030%以下,更加优选为0.0020%以下。此外,Ti含量极端的降低有时会引起制造成本的增加,因此Ti含量优选为0.0005%以上。

[0078] Nb:小于0.0050%

[0079] Nb(铌)是通过与碳或氮结合而形成析出物(碳化物)从而有助于高强度化的元素,但这些析出物其本身使无取向电磁钢板的磁特性劣化。因此,Nb含量设为小于0.0050%。Nb含量优选为0.0040%以下,较优选0.0030%以下,更加优选0.0020%以下。另外,Nb含量更

加优选为测量边界以下，具体而言，更加优选小于0.0001％。Nb含量优选越低越好，因此Nb含量也可以设为0％。

[0080] Zr：小于0.0050％

[0081] Zr(锆)是通过与碳或氮结合而形成析出物(碳化物、氮化物)从而有助于高强度化的元素，但这些析出物其本身使无取向电磁钢板的磁特性劣化。因此，Zr含量设为小于0.0050％。Zr含量优选为0.0040％以下，较优选为0.0030％以下，更加优选为0.0020％以下。另外，Zr含量较优选为测量边界以下，具体而言，更加优选为0.0001％以下。Zr含量优选越低越好，因此Zr含量也可以设为0％。

[0082] V：小于0.0050％

[0083] V(钒)是通过与碳或氮结合而形成析出物(碳化物、氮化物)从而有助于高强度化的元素，但这些析出物其本身使无取向电磁钢板的磁特性劣化。因此，V含量设为小于0.0050％。V含量优选为0.0040％以下，较优选为0.0030％以下，更加优选为0.0020％以下。V含量更加优选为测量边界以下，具体而言，更加优选为0.0001％以下。V含量越低越优选，因此V含量也可以设为0％。

[0084] Cu：小于0.200％

[0085] Cu(铜)是不可避免地混入钢中的元素。若故意含有Cu，则无取向电磁钢板的制造成本增加。因此，在本实施方式中，不需要积极地含有Cu，杂质水平即可。Cu含量设为小于在制造工序中可能不可避免地混入的最大值即0.200％。Cu含量优选为0.150％以下，较优选为0.100％以下。此外，Cu含量的下限值没有特别的限定，但Cu含量极端的降低有时会引起制造成本的增加。因此，Cu含量优选为0.001％以上，较优选为0.003％以上，更加优选为0.005％以上。

[0086] Ni：小于0.500％

[0087] Ni(镍)是不可避免地混入钢中的元素。但是，Ni也是提高无取向电磁钢板的强度的元素，因此也可以故意地含有。其中，Ni为高价，因此Ni含量设为小于0.500％。Ni含量优选为0.400％以下，较优选为0.300％以下。此外，Ni含量的下限值没有特别的限定，但Ni含量极端的降低有时会引起制造成本的增加。因此，Ni含量优选为0.001％以上，较优选为0.003％以上，更加优选为0.005％以上。

[0088] Sn：0～0.100％

[0089] Sb：0～0.100％

[0090] Sn(锡)及Sb(锑)是通过在母材表面偏析并抑制退火中的氧化及氮化，从而在无取向电磁钢板中有助于确保低铁损的元素。另外，Sn及Sb还具有在晶体晶界偏析而改善织构并提高无取向电磁钢板的磁通密度的效果。因此，根据需要可以含有Sn及Sb的至少一者。然而，若这些元素的含量过剩，则钢的韧性降低而有时难以冷轧。因此，Sn及Sb的含量分别为0.100％以下。Sn及Sb的含量优选分别为0.060％以下。此外，在想要可靠地得到上述的效果的情况下，将Sn及Sb的至少一者的含量优选设为0.005％以上，较优选设为0.010％以上。

[0091] 在本实施方式的无取向电磁钢板的母材的化学组成中，剩余部分为Fe及杂质。此处所谓“杂质”，是指在工业制造钢时，由于矿石、废铁等的原料、制造工序的各种原因而混入的成分，表示在对本实施方式的无取向电磁钢板的特性不带来不利影响的范围中被允许的杂质。

[0092] 此外，作为杂质元素，对于Cr及Mo的含量，没有特别的规定。在本实施方式的无取向电磁钢板中，即使在0.5％以下的范围分别含有这些元素，对本实施方式的无取向电磁钢板的特性也没有特别的影响。另外，即使在0.002％以下的范围分别含有Ca以及Mg，对本实施方式的无取向电磁钢板的特性也没有特别的影响。即使在0.004％以下的范围含有稀土元素(REM)，对本实施方式的无取向电磁钢板的特性也没有特别的影响。此外，在本实施方式中所谓REM，是指Sc、Y以及镧系元素形成的合计17元素，上述REM的含量是指这些元素的合计的含量。

[0093] O也是杂质元素，但在0.05％以下的范围即使含有O，对本实施方式的无取向电磁钢板的特性没有影响。O还有在退火工序中混入钢中的情况，因此板坯阶段(即，桶样分析值(ladle analysis values))的含量中，即使在0.01％以下的范围含有，对本实施方式的无取向电磁钢板的特性也没有特别的影响。

[0094] 另外，上述的元素之外，作为杂质元素，还可含有Pb、Bi、As、B、Se等的元素，但如果各自的含量为0.0050％以下的范围，则并不损害本实施方式的无取向电磁钢板的特性。

[0095] 本实施方式的无取向电磁钢板的母材的化学组成使用ICP-AES(Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry:电感耦合等离子体-原子发射光谱法)测定即可。此外，sol.Al使用以酸加热分解试样后的滤液，通过ICP-AES测定即可。另外，C及S使用燃烧-红外线吸收法，N使用惰性气体熔融-热导率法测定即可。

[0096] 3.晶粒直径

[0097] 出于无取向电磁钢板的高强度化的观点，期待钢中的晶粒为细粒。此外，为了降低磁滞损耗而优选晶粒粗大化，为了降低涡流损耗而优选晶粒细微化。

[0098] 母材的平均结晶粒径为40μm以下时，磁滞损耗显著恶化，难以改善无取向电磁钢板的磁特性。另一方面，母材的平均结晶粒径超过120μm时，不仅钢的强度降低，涡流损耗的恶化显著，难以改善无取向电磁钢板的磁特性。因此，母材的平均结晶粒径设为高于40μm且在120μm以下。母材的平均结晶粒径优选为45μm以上，较优选为50μm以上，更加优选为55μm以上。另外，母材的平均结晶粒径优选为110μm以下，较优选为100μm以下。

[0099] 在本实施方式中，母材的平均结晶粒径根据JIS G 0551(2013)“钢-晶体粒度的显微镜试验方法”求得。具体而言，首先，从无取向电磁钢板的端部离开10mm以上的位置采集试验片，使得与轧制方向平行的板厚截面成为观察面。使用具有拍摄功能的光学显微镜，以倍率100倍，拍摄通过腐蚀液的蚀刻而能够明确地观察晶体晶界的观察面。使用所得到的观察照片，根据JIS G 0551(2013)所述的切断法，测量所观察的晶粒的平均结晶粒径。在切断法中，使用两种截取晶粒数进行评价，该两种截取晶粒数是指：在板厚方向上以等间隔画出5条以上在轧制方向上长度2mm的直线，以合计10mm以上的直线截取的截取晶粒数；以及在轧制方向上以等间隔画出5条以上与轧制方向的直线正交的与板厚方向平行的直线，以合计(板厚×5)mm以上的直线截取的截取晶粒数。

[0100] 4.磁特性

[0101] 在本实施方式的无取向电磁钢板中，所谓磁特性优异，表示铁损$W_{10/400}$低，磁通密度B_{50}高。具体而言，所谓磁特性优异，是指：无取向电磁钢板的板厚高于0.30mm、且在0.35mm以下时，铁损$W_{10/400}$为16.0W/kg以下且磁通密度B_{50}为1.60T以上；板厚高于0.25mm、且在0.30mm以下时，铁损$W_{10/400}$为15.0W/kg以下且磁通密度B_{50}为1.60T以上；板厚高于0.20mm、且

在0.25mm以下时，铁损$W_{10/400}$为13.0W/kg以下且磁通密度B_{50}为1.60T以上；板厚为0.20mm以下时，铁损$W_{10/400}$为12.0W/kg以下且磁通密度B_{50}为1.59T以上的情况。在此，在本实施方式中，上述的磁特性(铁损$W_{10/400}$以及磁通密度B_{50})根据JIS C 2550-1(2011)所规定的爱泼斯坦试验测定。此外，铁损$W_{10/400}$表示在最大磁通密度为1.0T、频率400Hz的条件下产生的铁损，磁通密度B_{50}表示5000A/m的磁场中的磁通密度。

[0102] 5.机械特性

[0103] 在本实施方式的无取向电磁钢板中，所谓具有高强度是指拉伸(最大)强度为600MPa以上。本实施方式的无取向电磁钢板的拉伸强度为600MPa以上。拉伸强度优选为610MPa以上。另外，拉伸强度的上限没有特别的限定，但720MPa以下即可。在此，拉伸强度通过进行根据JIS Z 2241(2011)的拉伸试验测定。

[0104] 6.绝缘被膜

[0105] 在本实施方式的无取向电磁钢板中，优选在母材的表面具有绝缘被膜。无取向电磁钢板是将磁芯坯件在冲裁后层叠之后使用的，因此通过在母材的表面设置绝缘被膜，能够降低板间的涡流，作为铁芯能够降低涡流损耗。

[0106] 在本实施方式中，关于绝缘被膜的种类没有特别的限定，能够使用被用作无取向电磁钢板的绝缘被膜的公知的绝缘被膜。作为这样的绝缘被膜，例如可以举出以无机物为主体，还包含有机物的复合绝缘被膜。在此，所谓复合绝缘被膜，是例如以铬酸金属盐、磷酸金属盐等的金属盐、或者胶态二氧化硅、Zr化合物、Ti化合物等的无机物的至少任一者为主体，并分散有细微的有机树脂的颗粒的绝缘被膜。特别地，出于近年来需求升高的制造时降低环境负载的观点，优选使用以磷酸金属盐、Zr或Ti的偶联剂作为起始原料使用的绝缘被膜、或者以磷酸金属盐、Zr或Ti的偶联剂的碳酸盐或者铵盐作为起始原料使用的绝缘被膜。

[0107] 绝缘被膜的附着量没有特别的限定，例如优选将每单面设为200～1500mg/m^2左右，较优选将每单面设为300～1200mg/m^2。通过以成为上述范围内的附着量的方式形成绝缘被膜，能够保持优异的均匀性。此外，在事后测量绝缘被膜的附着量的情况下，能够利用公知的各种测量法，例如可以适当利用测量氢氧化钠水溶液浸渍前后的质量差的方法、或者使用校准曲线法的荧光X线法等。

[0108] 7.制造方法

[0109] 关于本实施方式的无取向电磁钢板的制造方法没有特别的限定，但例如可以对具有上述的化学组成的钢锭，通过依次实施热轧工序、热轧板退火工序、酸洗工序、冷轧工序以及最终退火工序来制造。另外，在将绝缘被膜形成在母材的表面的情况下，上述最终退火工序之后进行绝缘被膜形成工序。下面，针对各工序，详细地进行说明。

[0110] ＜热轧工序＞

[0111] 加热具有上述的化学组成的钢锭(板坯)，对被加热了的钢锭进行热轧，得到热轧钢板。在此，关于供热轧时的钢锭的加热温度，没有特别的规定，但例如优选设为1050～1250℃。另外，关于热轧后的热轧钢板的板厚，也没有特别的规定，但考虑母材的最终板厚，例如优选设为1.5～3.0mm左右。

[0112] ＜热轧板退火工序＞

[0113] 热轧后，以使无取向电磁钢板的磁通密度上升为目的，根据需要而实施热轧板退火。关于热轧板退火的热处理条件，例如在连续退火的情况下，对热轧钢板，优选进行在700

～1000℃下保持10～150s钟的退火。热处理条件较优选设为800～980℃下10～150s，更加优选设为850～950℃下10～150s。

[0114] 在箱式退火的情况下，优选对热轧钢板以600～900℃下保持30min～24h。较优选地，为650～850℃下1h～20h的均热。此外，与实施热轧板退火工序的情况相比较，磁特性变差，但为了削减成本，可以省略上述的热轧板退火工序。

[0115] ＜酸洗工序＞

[0116] 在上述热轧板退火之后，实施酸洗，除去母材的表面生成的氧化皮层。在此，酸洗中使用的酸的浓度、酸洗中使用的促进剂的浓度、酸洗液的温度等的酸洗条件没有特别的限定，可以设为公知的酸洗条件。此外，在热轧板退火为箱式退火的情况下，出于脱氧化皮性的观点，酸洗工序优选在热轧板退火前实施。在这种情况下，不需要在热轧板退火后实施酸洗。

[0117] ＜冷轧工序＞

[0118] 上述酸洗之后(以箱式退火实施热轧板退火的情况也包括在热轧板退火工序之后的情况)，实施冷轧。在冷轧中，以母材的最终板厚成为0.10～0.35mm的方式的轧制率，对除去了氧化皮层的酸洗板进行轧制。

[0119] ＜最终退火工序＞

[0120] 在上述冷轧之后，实施最终退火。在本实施方式的无取向电磁钢板的制造方法中，最终退火使用连续退火炉。最终退火工序是为了控制母材的平均结晶粒径的重要的工序。

[0121] 在此，最终退火条件优选将均热温度设为850～1050℃，将均热时间设为1～300s，设定H_2的比例为10～100体积％的H_2及N_2的混合气氛(即，H_2+N_2＝100体积％)，将气氛的露点设为30℃以下。

[0122] 在均热温度小于850℃的情况下，晶粒直径变细，无取向电磁钢板的铁损变差从而不优选。在均热温度超过1050℃的情况下，无取向电磁钢板中强度不足，铁损也变差，因而不优选。均热温度较优选为875～1025℃，更加优选为900～1000℃。均热时间小于1s时，无法充分地使晶粒粗大化。均热时间高于300s时，引起制造成本的增加。气氛中的H_2的比例较优选为15～90体积％。气氛的露点较优选为10℃以下，更加优选为0℃以下。

[0123] ＜绝缘被膜形成工序＞

[0124] 在上述最终退火之后，根据需要，实施绝缘被膜形成工序。在此，绝缘被膜的形成方法并没有特别的限定，使用形成下述所示公知的绝缘被膜的处理液，通过公知的方法进行处理液的涂敷以及干燥即可。作为公知的绝缘被膜，例如可以举出以无机物为主体，还包含有机物的复合绝缘被膜。所谓复合绝缘被膜，例如是以铬酸金属盐、磷酸金属盐等金属盐、或胶态二氧化硅、Zr化合物、Ti化合物等无机物的至少任一者为主体，并分散有细微的有机树脂的颗粒的绝缘被膜。特别地，出于近年来需求升高的制造时降低环境负载的观点，优选使用以磷酸金属盐、Zr或Ti的偶联剂作为起始原料使用的绝缘被膜、或者以磷酸金属盐、Zr或Ti的偶联剂的碳酸盐或者铵盐作为起始原料使用的绝缘被膜。

[0125] 对于形成有绝缘被膜的母材的表面，在涂敷处理液之前，也可以实施利用碱等进行的脱脂处理、或利用盐酸、硫酸、磷酸等进行的酸洗处理等任意的预处理。也可以是不实施这些预处理地在最终退火后，直接对母材的表面涂敷处理液。

[0126] 实施例

[0127] 下面，利用实施例更具体地说明本发明，但实施例中的条件仅是为了确认本发明的可实施性及效果而采用的例子，本发明并不限定于该条件例。本发明在不脱离本发明的宗旨、达成本发明的目的的范围内，可以采用各种条件。

[0128] 将表1所示的成分组成的板坯加热到1150℃后，按最终温度850℃、最终板厚2.0mm施以热轧，在650℃下卷取作为热轧钢板。对所得到的热轧钢板，在表2所示的试验No.1～16、22、23、25及26中，在连续退火炉中实施900℃×50s的热轧板退火，通过酸洗除去了表面的氧化皮。另外，对所得到的热轧钢板，在表2所示的试验No.17～21中，通过酸洗除去表面的氧化皮后，在箱式退火炉中实施750℃×10h的热轧板退火。并且，在表2所示的试验No.24中，在连续退火炉中实施1000℃×50s的热轧板退火，通过酸洗除去表面的氧化皮。将这样得到的钢板通过冷轧形成为板厚0.25mm的冷轧钢板。

[0129] 并且，在H_2:30％、N_2:70％、露点0℃的混合气氛下，在退火温度:850～1050℃以及均热时间:1～300s的范围内，改变最终退火条件进行退火，以便形成以下的表2所示的平均结晶粒径。具体而言，在为了平均结晶粒径变大而进行控制的情况下，进一步升高最终退火温度，以及/或者进一步增长均热时间。另外，在为了平均结晶粒径变小而进行控制的情况下，使其相反。其后，涂敷绝缘被膜，制造无取向电磁钢板，作为试验材料。

[0130] 另外，对于上述的绝缘被膜，通过将由磷酸铝及粒径0.2μm的苯乙烯-丙烯酸类共聚物树脂乳液构成的绝缘被膜以成为规定附着量的方式涂覆，在大气中以350℃烘烤，从而形成。

[0131] 【表1】

[0132]

钢种	化学组成（质量%、剩余部分：Fe及杂质）															(i)式† 左边值
	C	Si	Mn	P	S	sol.Al	N	Ti	Nb	Zr	V	Cu	Ni	Sn	Sb	
A	0.0025	3.4	1.4	0.014	0.0008	0.21	0.0012	0.0012	0.0008	0.0007	0.0002	0.059	0.033	0.029	(0.001)	4.3
B	0.0026	3.8	1.0	0.015	0.0009	0.20	0.0013	0.0013	0.0008	0.0007	0.0018	0.060	0.035	0.029	(0.001)	4.5
C	0.0020	4.0	1.0	0.013	0.0008	0.22	0.0013	0.0012	0.0009	0.0006	0.0005	0.061	0.050	0.028	(0.001)	4.7
D	0.0025	4.4	1.0	0.012	0.0006	0.15	0.0015	0.0016	0.0007	0.0004	0.0001	0.058	0.049	(0.001)	(0.001)	5.1
E	0.0025	5.1	1.0	0.013	0.0007	0.15	0.0015	0.0016	0.0008	0.0004	0.0006	0.052	0.050	(0.001)	(0.001)	5.8
F	0.0024	4.0	0.6	0.015	0.0010	0.03	0.0014	0.0015	0.0007	0.0011	0.0009	0.007	0.005	0.030	(0.001)	4.3
G	0.0018	4.0	0.6	0.015	0.0012	0.21	0.0015	0.0015	0.0014	0.0006	0.0009	0.009	0.006	0.028	(0.001)	4.5
H	0.0028	3.7	0.4	0.013	0.0010	0.15	0.0017	0.0012	0.0016	0.0006	0.0001	0.005	0.005	0.030	(0.001)	4.1
I	0.0025	4.0	0.6	0.013	0.0009	0.30	0.0018	0.0012	0.0016	0.0005	0.0001	0.006	0.006	0.030	(0.001)	4.6
J	0.0021	4.0	0.6	0.013	0.0009	0.60	0.0010	0.0011	0.0014	0.0004	0.0008	0.005	0.006	0.030	(0.001)	4.9
K	0.0024	4.0	0.6	0.014	0.0048	0.30	0.0014	0.0010	0.0015	0.0005	0.0008	0.006	0.006	0.029	(0.001)	4.6
L	0.0027	4.2	0.4	0.012	0.0008	0.22	0.0015	0.0010	0.0004	0.0001	0.0006	0.012	0.080	(0.001)	0.030	4.6
M	0.0026	4.2	0.4	0.013	0.0007	0.22	0.0012	0.0011	0.0006	0.0005	0.0004	0.013	0.085	0.012	0.013	4.6
N	0.0023	4.1	0.6	0.018	0.0009	0.21	0.0014	0.0011	0.0006	0.0005	0.0003	0.013	0.092	0.022	(0.001)	4.6
O	0.0029	4.1	0.6	0.048	0.0008	0.22	0.0013	0.0012	0.0005	0.0005	0.0003	0.012	0.086	0.022	(0.001)	4.6
P	0.0022	3.5	1.1	0.020	0.0015	0.40	0.0022	0.0026	0.0008	0.0007	0.0008	0.015	0.050	(0.001)	(0.001)	4.5
Q	0.0040	4.0	0.6	0.016	0.0010	0.21	0.0014	0.0015	0.0014	0.0007	0.0010	0.009	0.006	0.028	(0.001)	4.5
R	0.0029	4.1	0.6	0.014	0.0010	0.08	0.0012	0.0013	0.0010	0.0006	0.0009	0.013	0.092	0.022	(0.001)	4.5

† $Si+Al+0.5\times Mn\geq 4.3$ ...(i)

标记括号表示非故意添加，以及小于检测边界值。

[0133] 【表2】

[0134]

试验No.	钢种	平均结晶粒径(μm)	试验结果			备注
			拉伸强度(MPa)	$W_{10/400}$(W/kg)	B_{50}(T)	
1	A	51	568	12.5	1.65	比较例
2	B	53	610	11.6	1.64	本发明例
3	C	18	721	18.2	1.62	比较例
4		49	638	11.6	1.62	本发明例
5		89	610	11.0	1.62	
6		133	589	13.1	1.62	比较例
7	D	71	661	10.8	1.61	本发明例
8	E	冷轧时断裂				比较例
9	F	27	665	15.3	1.66	
10	G	62	618	11.4	1.66	本发明例
11	H	59	578	13.0	1.65	比较例
12	I	66	619	11.3	1.64	本发明例
13	J	冷轧时断裂				比较例
14	K	62	623	13.5	1.64	
15	L	58	644	11.7	1.65	本发明例
16	M	59	642	11.5	1.65	
17	N	16	738	18.8	1.66	比较例
18		46	648	11.9	1.66	本发明例
19		58	634	11.5	1.65	
20		93	611	11.0	1.64	
21		151	590	11.5	1.62	比较例
22	O	冷轧时断裂				
23	P	35	619	14.0	1.62	
24		39	610	13.8	1.63	
25	Q	61	620	12.2	1.66	本发明例
26	R	58	627	12.1	1.65	

[0135] 下划线表示本发明的范围之外。

[0136] 针对所得到的各试验材料，根据JIS G 0551(2013)“钢-晶体粒度的显微镜试验方法”，测量母材的平均结晶粒径。另外，从各试验材料的轧制方向以及宽度方向取用爱泼斯坦试验片，通过以JIS C 2550-1(2011)为标准的爱泼斯坦试验，评价磁特性(铁损$W_{10/400}$、以及磁通密度B_{50})。将铁损$W_{10/400}$为13.0W/kg以下且磁通密度B_{50}为1.60T以上的情况作为磁特性优异，判断为合格。在不满足该条件的情况下，作为磁特性变差而判断为不合格。此外，采

用该合格条件的原因在于，各试验材料的板厚超过0.20mm、且在0.25mm以下。

[0137] 并且，根据JIS Z 2241(2011)，从各试验材料以长度方向与钢板的轧制方向一致的方式采集JIS5号拉伸试验片。而且，使用上述试验片，按照JIS Z 2241(2011)进行拉伸试验，测定拉伸强度。将拉伸强度为600MPa以上的情况作为具有高强度，判断为合格。将拉伸强度小于600MPa的情况作为强度差，判断为不合格。

[0138] 将上述爱泼斯坦试验以及拉伸试验的结果在表2中一并示出。

[0139] 在钢板的化学组成以及最终退火后的平均结晶粒径满足本发明的规定的试验No.2、4、5、7、10、12、15、16、18～20、25及26中，可知铁损低、磁通密度高，且具有600MPa以上的高拉伸强度。

[0140] 与这些不同，在作为比较例的试验No.1、3、6、8、9、11、13、14、17、21～24中，磁特性以及拉伸强度中的至少一者较差，或韧性显著变差，制造变得困难。

[0141] 具体而言，在试验No.1中，Si含量低于规定范围，因此得到拉伸强度变差的结果。另外，比较化学组成满足规定的试验No.3～6，在试验No.3中，平均结晶粒径小于规定范围，因而铁损变差，在试验No.6中，平均结晶粒径大于规定范围，因而得到拉伸强度变差的结果。

[0142] 另外，在试验No.8中，Si含量超过规定范围，在试验No.13中，sol.Al含量超过规定范围，在试验No.22中，P含量超过规定范围，因而韧性变差，在冷轧时断裂，无法实施平均结晶粒径、拉伸强度以及磁特性的测量。

[0143] 在试验No.11中，由于不满足(i)式，所以得到铁损以及拉伸强度变差的结果。

[0144] 在试验No.9中，sol.Al含量低于规定范围，在试验No.14中，S含量超过规定范围，因此得到铁损变差的结果。而且，比较化学组成满足规定的试验No.17～21，在试验No.17中，平均结晶粒径小于规定范围从而铁损变差，在试验No.21中，平均结晶粒径大于规定范围从而得到拉伸强度变差的结果。

[0145] 在试验No.23及24中，Si含量低于规定范围，因而尽管能够通过设为低于规定范围的平均结晶粒径来得到600MPa以上的拉伸强度，但得到铁损变差的结果。

[0146] 工业上的可利用性

[0147] 如上文所述，根据本发明，能够得到具有高强度及优异的磁特性的无取向电磁钢板。