(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2020年10月1日(01.10.2020)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2020/196773 A1

(51) 国際特許分類:
C21D 9/46 (2006.01)　*C23C 22/00* (2006.01)
C22C 38/00 (2006.01)　*C23C 22/73* (2006.01)
C22C 38/60 (2006.01)　*C23C 22/77* (2006.01)
H01F 1/147 (2006.01)

(21) 国際出願番号：　PCT/JP2020/013750

(22) 国際出願日：　2020年3月26日(26.03.2020)

(25) 国際出願の言語：　日本語

(26) 国際公開の言語：　日本語

(30) 優先権データ：
特願 2019-059316　2019年3月26日(26.03.2019)　JP

(71) 出願人：ＪＦＥスチール株式会社(**JFE STEEL CORPORATION**) [JP/JP]；〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 Tokyo (JP).

(72) 発明者：山口　広 (**YAMAGUCHI Hiroi**)；〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 寺島 敬(**TERASHIMA Takashi**)；〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 渡邉 誠(**WATANABE Makoto**)；〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP).

(74) 代理人：杉村　憲司 (**SUGIMURA Kenji**)；〒1000013 東京都千代田区霞が関三丁目２番１号 霞が関コモンゲート西館３６階 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能)：AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能)：ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM,

(54) **Title:** METHOD FOR PRODUCING GRAIN-ORIENTED ELECTROMAGNETIC STEEL SHEET, AND ANNEALING SEPARATOR COATING EQUIPMENT

(54) 発明の名称：方向性電磁鋼板の製造方法および焼鈍分離剤の塗布設備

(57) **Abstract:** Provided is a method for producing a grain-oriented electromagnetic steel sheet, wherein a grain-oriented electromagnetic steel sheet having uniform and good coating properties and magnetic properties over the entire length and/or width of the steel sheet can be obtained. In this method for producing a grain-oriented electromagnetic steel sheet, a steel slab is hot-rolled, cold-rolled once, or twice or more with intermediate annealing in between, and subjected to primary recrystallization annealing to obtain a steel sheet, a liquid- or slurry-like annealing separator is applied to the steel sheet, and then the steel sheet is wound into a coil and subjected to finish annealing. The method for producing a grain-oriented electromagnetic steel sheet is characterized in that an additive for changing the components of the annealing separator is added in the range of 15% or less of the additive with respect to the total weight of the annealing separator and the additive before, during, or after the application of the annealing separator, and the annealing separator is adhered varying in the longitudinal direction and/or the width direction of the steel sheet.

(57) 要約：鋼板の全長および/または全幅にわたって、被膜特性および磁気特性が均一かつ良好な方向性電磁鋼板を得ることが可能な、方向性電磁鋼板の製造方法を提供する。本発明の方向性電磁鋼板の製造方法は、鋼スラブに、熱間圧延、１回または中間焼鈍を挟む２回以上の冷間圧延、及び一次再結晶焼鈍を施して、液体状またはスラリー状の焼鈍分離剤を塗布した後に、鋼板をコイル状に巻き取って仕上焼鈍を施す、方向性電磁鋼板の製造方法であって、上記焼鈍分離剤を塗布する前後または同時に、上記焼鈍分離剤の成分を変更するための添加剤を、上記焼鈍分離剤と上記添加剤の合計に対して上記添加剤の重量比15%以下の範囲で添加し、鋼板の長手方向および/または幅方向で上記焼鈍分離剤を変動させて付着させることを特徴とする。

WO 2020/196773 A1

［続葉有］

ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：

一　国際調査報告（条約第21条(3)）

明　細　書

発明の名称 ：

方向性電磁鋼板の製造方法および焼鈍分離剤の塗布設備

技術分野

[0001] 本発明は、変圧器の鉄心などに使用される方向性電磁鋼板の被膜特性と磁気特性を、鋼板の全長および/または全幅にわたって均一かつ良好にすることが可能な方向性電磁鋼板の製造方法および焼鈍分離剤の塗布設備に関する。

背景技術

[0002] 方向性電磁鋼板は、軟磁性材料として、主に変圧器または回転機等の鉄心材料として使用され、磁気特性として、磁束密度が高く、鉄損および磁気歪が小さいことが要求される。そのためには、磁化容易軸である＜００１＞軸を圧延方向に高度に揃えた、いわゆるゴス方位と呼ばれる集合組織を二次再結晶によって作ることが必要である。かかる方向性電磁鋼板は、二次再結晶に必要なインヒビタ、例えばMnS、MnSe、AlN等を含む方向性けい素鋼スラブを加熱して、熱間圧延を行った後、必要に応じて焼鈍を行い、１回あるいは中間焼鈍を挟む２回以上の冷間圧延によって最終製品板厚とし、ついで脱炭焼鈍を行った後、鋼板にMgOなどの焼鈍分離剤を塗布してから仕上焼鈍を行うことによって製造される。なお、この方向性電磁鋼板の表面には、特殊な場合を除いて、フォルステライト(Mg_2SiO_4)質絶縁被膜（以下、「フォルステライト被膜」という）が形成されている。この被膜は、表面を電気的に絶縁するためだけでなく、その低熱膨張性を利用して引張応力を鋼板に付与することにより、鉄損さらには磁気歪をも効果的に改善する。

[0003] このフォルステライト被膜は、仕上焼鈍において形成されるが、その被膜形成挙動は鋼中のMnS、MnSe、AlN等のインヒビタの挙動に影響するため、優れた磁気特性を得るために必須の過程である二次再結晶そのものにも影響を及ぼす。すなわち、フォルステライト形成反応は仕上焼鈍の昇温過程から始まるが、この仕上焼鈍時に形成されたフォルステライト被膜がポーラス状に

なった場合およびこの被膜形成が不均一に進行した場合には、焼鈍雰囲気からOやNが鋼中に侵入し易くなるため、鋼中のインヒビタが分解または粗大化、あるいは過剰化する。その結果、得られる二次再結晶組織はゴス方位への集積度が低く、磁気特性も劣化することになる。また、フォルステライト被膜は、被膜が形成されることにより、不要となったインヒビタ成分が被膜近傍に濃化することになって鋼を実質的に純化する。これによっても、鋼板の磁気特性のより一層の向上に寄与している。したがって、この被膜形成過程を制御してフォルステライト被膜を均一に形成することは、方向性電磁鋼板の製品品質を左右する重要なポイントの一つである。

[0004] さらに、形成したフォルステライト被膜は、当然のことながら、均一で欠陥がなく、かつ剪断、打抜き、および曲げ加工等に耐え得る密着性の優れたものでなければならなく、またユーザでの歪取り焼鈍による磁気特性の劣化が少なく、表面が平滑であって、鉄心として積層した際に、高い占積率を示すものでなければならない。

[0005] 以上、フォルステライト被膜に要求される特性は極めて多く、その反応原料となる焼鈍分離剤としては高温でのコイル焼鈍の焼付き防止が目的のMgO単体から、鋼板表面に形成されているSiO_2主体のサブスケールとの反応性を高めたり、二次再結晶を司るインヒビタの酸化、分解反応を安定化させたりするために、MgO原料の品質改良やスラリー生成時の水和条件に加え、種々の薬剤を添加して多重的な特性を持たせるなどの工夫が長年にわたりなされてきた。

[0006] 一方、スラリー状の焼鈍分離剤の塗布方法についても、ロールコーター主体の塗布方法が特許文献１に開示されており、スプレーノズルによる付着方法が特許文献２に開示されており、鋼板表裏面に対して均一に焼鈍分離剤を塗布することによって、仕上焼鈍時にコイル全長および/または全幅にわたって均一なフォルステライト被膜形成と二次再結晶を両立させる試みがなされてきた。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特開昭６２－６７１１８号公報

特許文献2：特開平１１－３５０１５２号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] しかしながら、仕上焼鈍後の鋼帯を長手方向に展開してみると、コイルの上面に相当する鋼板端部あるいは最外周にあたる部位において、より高温にさらされているために起こる曲げ密着性などの被膜劣化や二次再結晶不良が少なからず見受けられる。これは、一般的には、コイルの巻端面を上に向けて、コイルを設置して、コイルの外側から加熱焼鈍するために不可避的に起こる現象である。逆に、コイル長手の中巻き部分や幅中央部分においては、焼鈍時間や昇温速度が不十分であったり、コイルの不均一な加熱に伴う熱膨張差により重なり合う鋼板同士の面圧が高まり、層間の雰囲気ガスの流通性が悪くなったりするなどにより、フォルステライト被膜形成や二次再結晶の不良が起こりやすい。

[0009] すなわち、焼鈍分離剤を均一に塗布することができても、コイル状でバッチ式の仕上焼鈍を行う限り、コイルの部位によって焼鈍条件が異なるため、全長および/または全幅にわたって均一なフォルステライト被膜の形成や二次再結晶を行うことが非常に困難である。昇熱が遅れやすく、雰囲気ガス流通性が悪いコイル中巻き部の反応性を上げるために有効な添加助剤を増やせば、コイル外巻き部では反応過多となる。その逆もしかりである。

[0010] そこで、上述した問題を解決して、コイル全長および/または全幅にわたって均一な特性を有する方向性電磁鋼板を製造するために、コイル焼鈍におけるフォルステライト被膜形成や二次再結晶の不均一を鑑み、従来とは逆の発想に基づき、焼鈍分離剤をコイルの部位別に最適な成分で付着できるよう、鋼板の長手方向および/または幅方向において、焼鈍分離剤の成分を変更して均一に塗布しない塗布方法と塗布設備を考案した。特許文献２には、複数のスプレーノズルを配置して、各スプレーノズルが異なる焼鈍分離剤の成分を

吐出することでコイルの被膜品質偏差に対応する手法が提案されている。しかし、複数のスプレーノズルを配置して、液体状またはスラリー状の焼鈍分離剤を塗布すると、鋼板の幅方向に対して、塗布膜厚が変動して、仕上焼鈍後の平坦化焼鈍の際に、鋼板の長手方向に沿った皺状の形状不良が発生するという問題が生じやすい。さらに、Mg0主体のスラリーを長時間にわたりスプレーすると、供給配管内にスラッジが堆積し、均一なスラリー供給を妨げたり、スプレーノズルが閉塞したりするなどの問題が生じて、安定した操業ができない。

[0011] 一方、特許４５０１６５５号公報には、コイル最内巻部からコイル外径が90%となる位置とそこから最外巻部までに塗布される焼鈍分離剤の成分を変化させる技術が開示されている。確かに、この技術は、鋼板の長手方向の磁気特性偏差の解消には有効であるが、幅方向の磁気特性偏差や被膜特性偏差を解消できるものではない。

[0012] 本発明は、上記課題を解決するものであり、鋼板の全長および/または全幅にわたって、被膜特性および磁気特性が均一かつ良好な方向性電磁鋼板を得ることが可能な、方向性電磁鋼板の製造方法および焼鈍分離剤の塗布設備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

[0013] すなわち、本発明の要旨構成は以下のとおりである。

（１）所定の成分組成を有する鋼スラブに、熱間圧延を施して熱延鋼板とし、該熱延鋼板に、１回または中間焼鈍を挟む２回以上の冷間圧延を施して冷延鋼板とし、該冷延鋼板に一次再結晶焼鈍を施し、該一次再結晶焼鈍後の冷延鋼板に、液体状またはスラリー状の焼鈍分離剤を塗布した後に、鋼板をコイル状に巻き取って仕上焼鈍を施す、方向性電磁鋼板の製造方法において、

前記焼鈍分離剤を塗布する前もしくは後に、または、前記焼鈍分離剤を塗布すると同時に、前記焼鈍分離剤の成分を変更するための添加剤を、前記焼鈍分離剤と前記添加剤の合計に対して前記添加剤の重量比15%以下の範囲で

添加し、前記一次再結晶焼鈍後の冷延鋼板の長手方向および/または幅方向で前記焼鈍分離剤の成分を変動させて付着させることを特徴とする方向性電磁鋼板の製造方法。

[0014] （２）液体状またはスラリー状の焼鈍分離剤を鋼板に塗布するための主設備と、前記焼鈍分離剤の成分を変更するための添加剤を、前記焼鈍分離剤と前記添加剤の合計に対して前記添加剤の重量比15％以下の範囲で添加し、前記鋼板の長手方向および/または幅方向で前記焼鈍分離剤の成分を変動させて付着させるための補助設備と、を備えることを特徴とする焼鈍分離剤の塗布設備。

発明の効果

[0015] 本発明によれば、鋼板の全長および/または全幅にわたって、被膜特性および磁気特性が均一かつ良好な方向性電磁鋼板を得ることができる。

図面の簡単な説明

[0016] [図1A]本発明による焼鈍分離剤の塗布設備の一実施形態を示す模式図である。

[図1B]本発明による焼鈍分離剤の塗布設備の別の実施形態を示す模式図である。

[図1C]本発明による焼鈍分離剤の塗布設備の別の実施形態を示す模式図である。

[図2A]本発明による焼鈍分離剤の塗布設備の別の実施形態を示す模式図である。

[図2B]本発明による焼鈍分離剤の塗布設備の別の実施形態を示す模式図である。

[図2C]本発明による焼鈍分離剤の塗布設備の別の実施形態を示す模式図である。

[図3]発明例１－１において、添加剤の付着領域を説明する模式図である。

[図4]発明例２－１において、添加剤の付着領域を説明する模式図である。

発明を実施するための形態

[0017] まず、本発明を由来するに至った実験結果について説明する。なお、鋼板の成分および焼鈍分離剤の成分に関する「%およびppm」表示は、特に断らない限り質量%（mass%）および質量ppm（massppm）を意味するものとする。

[0018] （実験）

C：300ppm、Si：3.40%、Mn：0.25%、Al：50ppm、S：5ppm、Se：5ppm、N：30ppm、Cu：0.04%、及びP：0.04%を含み、残部がFeおよび不可避的不純物からなる成分組成を有する鋼スラブを、連続鋳造後、1150℃に加熱した後、熱間圧延によって2.2mm厚の熱延板とし、次いで1000℃で熱延板焼鈍を施した後、中間焼鈍を挟む２回の冷間圧延によって最終板厚が0.23mmの最終冷延板を得た。その後、８４０℃の湿水素雰囲気中で１分の脱炭焼鈍を行った。

[0019] 続いて焼鈍分離剤の塗布において、主たるマグネシアスラリーのロールコーターによる塗布と、主たるマグネシアスラリーの成分を変更するための添加剤のスプレー塗布との分割の可否、及びその適正範囲を詳細に検討するため、得られた脱炭焼鈍板のコイルから長さ300mm、幅100mmのラボ実験用試料を切り出した。脱脂処理を行った試料に対して、最適な焼鈍分離剤の成分と考えられるMgO：100重量部に対してTiO_2：7重量部および硫酸Mg：3重量部を添加した10mass%のマグネシアスラリー（A）をロールコーターで均一に塗布し、乾燥、焼き付けを行った標準材を準備した。一方、MgO：100重量部に対してTiO_2：7重量部のみを添加した10mass%のマグネシアスラリー（B）と、MgO：100重量部に対してTiO_2：7重量部および硫酸Mg：1重量部を添加した10mass%のマグネシアスラリー（C）と、MgO：100重量部に対してTiO_2：7重量部および硫酸Mg：2重量部を添加した10mass%のマグネシアスラリー（D）と、様々な濃度を有する硫酸Mg水溶液と、を用意した。そして、脱炭焼鈍板に対して、マグネシアスラリー（B）～（D）をそれぞれロールコーターで均一に塗布した後に、表１に示す混合後の硫酸Mgの合計重量部となるように、硫酸Mg水溶液の割合および硫酸Mg水溶液の濃度を調整し、硫酸Mg水溶液を均一にスプレー噴霧し、その後、乾燥、焼き付けを行った。

[0020] その後、すべての試料について1200℃まで25℃/hの昇温速度で昇温する仕

上焼鈍を施して二次再結晶させ、被膜外観と磁束密度B_8を評価した。評価結果を表１に示す。なお、表１において、「硫酸Mg水溶液の割合（％）」とは、ロールコーターで塗布したマグネシアスラリーとスプレー噴霧による硫酸Mg水溶液の合計に対するスプレー噴霧した硫酸Mg水溶液の重量比であり、「硫酸Mgの合計重量部」とは、マグネシアスラリーと硫酸Mg水溶液に由来する硫酸Mgの合計の重量部である。

[0021] [表1]

表1

試料No.		硫酸Mg水溶液の割合(%)	硫酸Mgの合計重量部	被膜外観	磁束密度B_8(T)	備考
A		-	3.0	均一良好	1.93	標準(比較)
B	B1	30	2.0	まだら、光沢なし	1.88	比較例
	B2	20	3.0	不均一、光沢なし	1.89	比較例
	B3	10	1.5	均一だが、やや薄膜	1.91	比較例
	B4	10	3.0	均一良好、Aと同等	1.93	発明例
C	C1	25	4.5	厚膜、不均一	1.90	比較例
	C2	20	3.0	やや厚膜、不均一	1.91	比較例
	C3	15	3.0	均一良好、Aと同等	1.93	発明例
	C4	10	1.5	均一だが、やや薄膜	1.91	比較例
D	D1	20	3.0	不均一、光沢なし	1.91	比較例
	D2	16	3.0	やや不均一	1.92	比較例
	D3	12	3.0	均一良好、Aと同等	1.93	発明例
	D4	8	4.0	均一だが、やや薄膜	1.91	比較例

[0022] 表１に示すとおり、マグネシアスラリー（B）、（C）、（D）のいずれの場合も、硫酸Mg水溶液の割合が15％以下の場合には、マグネシアスラリー（A）と同等に均一な被膜と良好な磁気特性が得られた。一方、15％を超える場合には、被膜外観が不均一であったり、劣ったりしており、磁束密度B_8についても、マグネシアスラリー（A）より劣る結果となった。これは、硫酸Mg水溶液の割合が15％を超えると、ロールコーターで塗布したマグネシアスラリーとスプレー噴霧した硫酸Mg水溶液との混合が不十分となり、最初から3重量部の硫酸Mgを添加していたマグネシアスラリー（A）の塗布条件と同じにならなかったことに起因すると推定された。また、硫酸Mg水溶液の割合が15％以下であり、硫酸Mgが3.0重量部以上4.0重量部未満を満たす場合には、Aと同等に良好な被膜外観および磁気特性が得られるとともに、薄膜になることもなかっ

た。

[0023] （焼鈍分離剤の塗布設備）

次に、本発明による方向性電磁鋼板の製造方法において用いることが可能な焼鈍分離剤の塗布設備の一実施形態について説明する。

[0024] 本実施形態による焼鈍分離剤の塗布設備は、液体状またはスラリー状の焼鈍分離剤を鋼板に塗布するための主設備と、上記焼鈍分離剤の成分を変更するための添加剤を、上記焼鈍分離剤に対して重量比15%以下の範囲で、鋼板の長手方向および/または幅方向で変動させて付着させるための補助設備と、を備える。以下、主設備と補助設備について、詳細に説明する。

[0025] ［主設備］

主設備としては、公知のスプレー式やロールコーター式の塗布装置を用いることができるが、焼鈍分離剤としてMgOを主体とするマグネシアスラリーを用いる場合には、供給配管内にスラッジなどが溜まりやすいので、供給配管が閉塞しやすいスプレー式よりロールコーター式の塗布装置を用いることが好ましい。この場合、主設備は、スラリー供給ノズルとスクイーズロールと、を備えることができる。スラリー供給ノズルは、鋼帯に対して、マグネシアスラリーを塗布する複数の吐出口を有する。スクイーズロールは、鋼帯を厚さ方向に挟持するとともに鋼帯に塗布されたマグネシアスラリーを所定の厚さまで均一に絞る、一対のロールを含む。ここで、スクイーズロールは、粗塗布ロールと塗布ロールとから構成することができる。ただし、マグネシアスラリーの厚さの要求精度や設置スペースの制約により、粗塗布ロールおよび塗布ロールのいずれか一方のみを設置したり、粗塗布ロールと塗布ロールとの間に、さらなるスラリー供給ノズルを設置したりすることもできる。なお、この主設備は、後述する脱炭焼鈍に用いる連続焼鈍炉の下流側であって、焼鈍分離剤を乾燥させるための乾燥炉の上流側に配置することができる。

[0026] ［補助設備］

補助設備としては、焼鈍分離剤と添加剤との混合を考慮すると、液体状の

添加助剤を、噴霧量を調節しながら鋼帯に付着させることが可能なスプレー装置を用いることが好ましい。この場合、スプレー装置の噴霧量（単位面積当たりの付着重量）の好適範囲は、主設備を用いて塗布したマグネシアスラリーの単位面積当たり重量に対して15%以内となる。主設備で塗布するMgOを主体とするスラリーは、比重が大きく粘度も高いため、スプレー等で希釈液を噴霧した場合、15%を超えると焼付け乾燥までに均一に混合されないという問題が生じる。なお、噴霧量は、少ないほうが原理的には良いが、添加助剤によっては、水に溶けにくいものもあり、高濃度水溶液にしにくいものもある。液種にもよるが、10%以下がより好ましい。また、補助設備は、鋼帯の幅方向の被膜特性および磁気特性の要求精度に応じて、適宜分割して配置することができるとともに、必要に応じて鋼帯の上面側および下面側に配置することができる。なお、補助設備は、幅方向に等分に分割して配置する必要はなく、エッジと中央部とのみに配置してもよい。また、補助の水溶液が１種類ではない場合は、沈殿したり、pHが不安定となったりする場合があるので、上下流のエッジに２種類以上のスプレー装置を配置してもよい。ここで、補助設備は、主設備の上流側または下流側に、あるいは、主設備として粗塗布ロールと塗布ロールから構成されるスクイーズロールを用いる場合には、補助設備は、粗塗布ロールと塗布ロールとの間に適宜配置することができる。ただし、主設備によって塗布した焼鈍分離剤と補助設備によって付着させた添加剤とをある程度混合させる必要があるので、補助設備は、上記乾燥炉の上流側に配置する必要がある。また、主設備としてスクイーズロールを用いる場合、余剰のマグネシアスラリーは、回収および循環されて、再びスラリー供給ノズルから鋼帯に供給されるため、補助設備は、主設備の下流側に配置することが好ましい。

[0027] 以下、図１Ａ～Ｃおよび図２Ａ～Ｃを参照して、主設備（粗塗布ロール、塗布ロール）と補助設備（スプレー装置）の配置例を説明する。なお、図中の矢印は、鋼帯の搬送方向を示す。図１Ａは、鋼帯１の搬送方向の上流側から、スプレー装置３および塗布ロール２がこの順で配置される例である。ま

た、図１Ｂ、Ｃは、鋼帯１の搬送方向の上流側から、塗布ロール２およびスプレー装置３がこの順で配置される例である。ここで、図１Ａ、Ｂは、鋼帯１の上下面に添加剤を直接付着させる例である。図１Ｃは、焼鈍分離剤と添加剤との混合を促進するため、塗布ロール２の近傍にスプレー装置３を配置し、スプレー装置３から噴射した添加剤を焼鈍分離剤に巻き込ませる例である。なお、塗布ロール２の位置とスプレー装置３の位置とは近いほど好ましい。また、図１Ａ～Ｃでは、スラリー供給ノズルと塗布ロールとが一体となっている。

[0028] 図２Ａ～Ｃは、粗塗布ロール４とスラリー供給ノズル５とが分離した方式であり、図１Ａ～Ｃに示す塗布ロール２のみの方式に比べて、スラリーをより均一に鋼帯１に塗布することができ、また、スラリーの厚さをより正確に制御することができる。図２Ａは、鋼帯１の搬送方向の上流側から、スラリー供給ノズル５、粗塗布ロール４、スプレー装置３、および塗布ロール２がこの順で配置される例である。図２Ｂ、Ｃは、スラリー供給ノズル５、粗塗布ロール４、塗布ロール２、およびスプレー装置３がこの順で配置される例である。ここで、図２Ａ、Ｂは、鋼帯１の上下面に添加剤を直接付着させる例であり、図２Ｃは、焼鈍分離剤と添加剤との混合を促進するため、塗布ロール２の近傍にスプレー装置３を配置し、スプレー装置３から噴射した添加剤を焼鈍分離剤に巻き込ませる例である。

[0029] なお、静電塗装方式による焼鈍分離剤の塗布は、仕上焼鈍において鋼板表面が酸化するのを抑制するためには有効ではあるものの、例えば、主設備において、スラリーを均一に塗布した後に、補助設備において局所的に添加剤を付着させる場合、両者の混合が不十分となり、添加剤の効果が不足したり、過剰に影響したりする等、不均一な被膜特性や磁気特性となるおそれがある。

[0030] （方向性電磁鋼板の製造方法）

次に、本発明による方向性電磁鋼板の製造方法の一実施形態について説明する。なお、本発明において、方向性電磁鋼板の成分組成は、特に限定され

ず、公知のものを好適に用いればよい。

[0031] ［熱間圧延］

好適な成分組成に調整した溶鋼を、転炉、電気炉などを用いる公知の方法により精錬し、必要があれば真空処理などを施した後、通常の造塊法や連続鋳造法によりスラブを製造する。また、直接鋳造法により厚さが100mm以下の薄鋳片を直接製造してもよい。スラブは、通常の方法により加熱して、熱間圧延することができるが、鋳造後、加熱せずに直ちに熱間圧延に供してもよい。また、薄鋳片の場合には、熱間圧延を行ってもよく、熱間圧延を省略してそのまま以後の工程に供してもよい。スラブを加熱する手段は、ガス炉、誘導加熱炉、通電炉などの公知の手段を用いることができる。また、スラブの加熱に続く熱間圧延は、公知の条件で行なえばよく、特に限定されない。

[0032] ［熱延板焼鈍］

次いで、必要に応じて熱延板焼鈍を行う。ゴス組織を製品板において高度に発達させるためには、熱延板焼鈍温度を800～1200℃とすることが好ましい。というのは、熱延板焼鈍温度が800℃未満では、熱間圧延でのバンド組織が残留し、整粒の一次再結晶組織を実現することが困難になる結果、二次再結晶の発達が阻害されるからである。一方で、熱延板焼鈍温度が1200℃を超えると、不可避的に混入するインヒビタ成分が固溶し、冷却時に不均一に再析出するために、整粒一次再結晶組織を実現することが困難となり、やはり二次再結晶の発達が阻害されるからである。また、熱延板焼鈍温度が1200℃を超えると、熱延板焼鈍後の粒径が粗大化しすぎることも、整粒の一次再結晶組織を実現する上で極めて不利である。

[0033] ［冷間圧延］

次いで、１回または中間焼鈍を挟む２回以上の冷間圧延を施す。上記中間焼鈍は、公知の条件で行ってもよいが、均熱温度を800～1200℃とし、均熱時間を2～300秒とすることが好ましい。均熱温度が800℃未満および/または均熱時間が2秒未満では、未再結晶組織が残存して、一次再結晶で整粒組織を得ることが難しくなり、所望の二次再結晶粒が得られず、磁気特性の劣化を引

き起こすおそれがある。一方で、均熱温度が1200℃超えおよび/または均熱時間を300秒超えでは、AlN、MnS、およびMnSeのオストワルド成長が進行し、二次再結晶に必要なインヒビタの抑制力が不足して、二次再結晶しなくなり、磁気特性の劣化を引き起こすおそれがある。

[0034] 上記冷間圧延において、圧延温度を100～250℃に上昇させて圧延を行うことや、冷間圧延の途中で100～250℃の範囲での時効処理を１回または複数回行うことが、ゴス組織を発達させる上で有効である。

[0035] ［脱炭焼鈍］

最終冷延後、一次再結晶焼鈍を兼ねた脱炭焼鈍を施すことにより、Cを磁気時効の起こらない50ppm以下、好ましくは30ppm以下に低減する。脱炭焼鈍は、PH_2O/PH_2＞0.1に制御した湿潤雰囲気下、700～1000℃の温度にて行うことが好ましい。より好ましい脱炭温度は800～900℃の範囲である。また、脱炭焼鈍後に、浸珪法によってSi量を増加させる技術を併用してもよい。脱炭焼鈍の前後または同時に窒化処理を行い、AlN等の窒化物を形成させ、インヒビタとして活用するいわゆる窒化法も含まれる。この場合、インヒビタ成分を熱延のガス炉加熱で全固溶させる必要がないため、スラブ加熱温度を低くすることができる。

[0036] ［焼鈍分離剤の塗布］

次いで、焼鈍分離剤を鋼板に塗布する。本発明では、焼鈍分離剤を鋼板に均一に塗布する前もしくは後に、または、焼鈍分離剤を鋼板に均一に塗布すると同時に、焼鈍分離剤の成分を変更するための添加剤を、焼鈍分離剤と添加剤の合計に対して添加剤の重量比15％以下の範囲で添加し、鋼板の長手方向および/または幅方向で焼鈍分離剤の成分を変動させて付着させることが重要である。ここで、液体状またはスラリー状の焼鈍分離剤は、フォルステライト被膜形成と二次再結晶に最適なように成分調整されたものであり、例えばMgO（マグネシア）を主体とする焼鈍分離剤が挙げられる。また、意図的にフォルステライト被膜形成を抑制して、表面酸化物のない鏡面コイルを作製する場合には、CaO（カルシア）やAl_2O_3（アルミナ）を主体とする焼鈍分離剤

を用いることができる。添加剤は、本工程の後にコイル状に巻き取った鋼板を仕上焼鈍に供する際の焼鈍温度、焼鈍雰囲気、および鋼板間の面圧などの偏差の影響を補正するためのものであり、例えば、硫酸Mg水溶液やホウ酸Na水溶液などが挙げられる。鏡面コイルを作製する場合には、均一な被膜形成抑止のために塩化Mgなどが用いられる。なお、鋼板に付着させた添加剤は、巨視的には固溶に近い状態となっている。以下では、図２Ｂを参照しつつ、焼鈍分離剤としてマグネシアスラリーを用いる場合を例に、本工程の一例を具体的に説明する。

[0037] 図２Ｂを参照して、まず、スラリー供給ノズル５によって、マグネシアスラリーを鋼帯１の上下面に均一に塗布する。続いて、スクイーズロール（例えば、粗塗布ロール４および塗布ロール２）によって、鋼帯１の上下面に塗布されたマグネシアスラリーを、所定の厚さまで均一に絞る。次に、スプレー装置３によって、マグネシアスラリーの成分を変更するための添加剤を、マグネシアスラリーに対して重量比15％以下の範囲で、鋼帯１の長手方向および/または幅方向で変動させて付着させる。

[0038] このように、焼鈍分離剤（主成分）を塗布ロール等で鋼板に均一に塗布し、微小な添加剤（補助成分）をスプレー装置等で鋼板に付着させて、焼鈍分離剤を鋼板表面に略均一に塗布しつつ、鋼板の長手方向および/または幅方向における焼鈍分離剤の成分の微小変更を両立させることによって、コイル状に巻き取った鋼板の部位による焼鈍温度や雰囲気ガスなどの偏差を解消することができる。その結果、鋼板の全長および/または全幅にわたって、被膜特性および磁気特性が均一かつ良好な方向性電磁鋼板が得られるのである。なお、添加剤を付着させても、フォルステライト被膜の大域的な膜厚に及ぼす影響は略無視することができる。

[0039] ［仕上焼鈍］

焼鈍分離剤および添加剤の乾燥、焼付けを行った後に、鋼板をコイル状に巻き取った状態で、仕上焼鈍を施すことにより二次再結晶組織を発達させるとともにフォルステライト被膜を形成する。仕上焼鈍では、二次再結晶を完

了させた後に、引き続き、純化処理を行うことが必要である。なお、Si以外の元素は、磁気特性には有害であるため、可能な限り低減することが好ましい。

[0040] ［平坦化焼鈍］

その後、未反応の焼鈍分離剤を除去した後に、平坦化焼鈍を行って形状を矯正することが有効である。なお、平坦化焼鈍の前または後に、鋼板表面に張力被膜を設けることにより、僅かな張力で効果的に鉄損を改善することができる。方向性電磁鋼板は、通常積層して使用され、その際に層間の導通がないことが求められる。そのため、かかる張力被膜は、絶縁材料としての機能を鋼板に付与することも可能である。なお、鋼板に別途の絶縁被膜を設けてもよい。

[0041] ［磁区細分化処理］

ヒステリシス損と渦電流損との総和である鉄損を低減する観点から、製品板厚とする最終冷間圧延以降のいずれかの工程において、磁区細分化処理を施すことが有効である。磁区細分化処理を施すことにより、二次再結晶粒の粗大化により増大した渦電流損が低減し、ゴス方位への高集積度化や高純度化によるヒステリシス損の低減とも相俟って、極めて低い鉄損を得ることができる。磁区細分化処理の方法としては、公知の耐熱型または非耐熱型の処理方法を採用することができるが、二次再結晶後の鋼板表面に電子ビームまたはレーザービームを照射する方法であれば、鋼板の板厚内部まで磁区細分化効果を浸透させることができるので、エッチング法などの他の磁区細分化処理方法よりも優れた鉄損特性を得ることができる。

[0042] その他の製造条件については、方向性電磁鋼板の一般的な製造方法に従えばよい。

実施例

[0043] （実施例１）

C：500ppm、Si：3.30%、Mn：0.30%、Al：180ppm、S：15ppm、Se：100ppm、N：90ppm、P：0.06%、Sb：0.07%、及びMo：0.015%を含み、残部がFeおよ

び不可避的不純物の成分組成からなる鋼スラブを、1350℃に加熱した後、熱間圧延して2.2mm厚とした後、1050℃で30秒の熱延板焼鈍を施し、タンデムミルにて１回の冷間圧延により最終板厚0.23ｍｍの冷延板とした。その後、冷延板を820℃まで加熱し、湿水素雰囲気中にて1.5分の脱炭焼鈍を行った。

[0044] 次いで、図２Ｂに示す設備を用いて、マグネシア主体の焼鈍分離剤を塗布した。具体的には、発明例１－１では、図２Ｂに示す設備を用いて、以下のようにして焼鈍分離剤の塗布を行った。ロールコーターを用いて、MgO：100重量部に対してTiO_2：5重量部および硫酸Mg：3重量部を添加した10mass％のマグネシアスラリーを付着量：90g/m^{2}で両面に塗布した。続いて、ロールコーターの下流でかつスラリー塗布ロールコーターの余剰スラリーを回収するコータパンより後方で、かつ乾燥焼付け炉の上流に、鋼帯の上下の両エッジ用に4箇所配置したスプレーノズルであって、噴出口を鋼板と150mm離して垂直に配置したスプレーノズルを用いて、硫酸Mg水溶液を鋼帯の両端から100mm幅ずつ付着させ、硫酸Mgの合計の添加量が5重量部となるように硫酸Mg水溶液の濃度を調整し、塗布量：10g/m^{2}で両面に噴霧し、乾燥焼付けを行った。また、比較例１－１では、スプレーノズルによる硫酸Mg水溶液の塗布量を20g/m^{2}として、発明例１－１と同様に行った。また、比較例１－２では、ロールコーターを用いて、MgO：100重量部に対してTiO_2：5重量部および硫酸Mg：3重量部を添加した10mass％のマグネシアスラリーを付着量：90g/m^{2}で両面に塗布し、乾燥焼付けを行った。すなわち、比較例１－２では、スプレーノズルによる噴霧を行わなかった。

[0045] その後、各鋼帯をコイル状に巻き取り、900℃までを100%N_2雰囲気で25℃/hrの昇温速度で加熱し、その後保定または一定の昇熱速度で950℃まで加熱した後、1200℃までを75%N_2＋25%H_2雰囲気で加熱、その後1200℃で8時間100%H_2雰囲気にて純化処理を施す仕上焼鈍を実施した。ついで850℃で20秒の平坦化焼鈍を行い、方向性電磁鋼板を得た。

[0046] 各方向性電磁鋼板について、図３に示すとおり、仕上焼鈍時のコイル最内巻部、コイル中巻き部、コイル最外巻き部のそれぞれ幅の炉頂側、中央部、

炉床側の合計９か所において、磁束密度B_8および被膜外観を評価した。表２に評価結果を示す。

[0047]

[表2]

表2

硫酸Mgの重量部	硫酸Mg水溶液の割合（%）	被膜外観			磁束密度B_8(T)の幅平均			備考
		内巻	中巻	外巻	内巻	中巻	外巻	
2.0	10	上：良好 中：良好 下：良好	上：良好 中：良好 下：良好	上：良好 中：良好 下：良好	1.935	1.930	1.935	発明例1－1
2.0	18	上：やや劣位 中：良好 下：ムラあり	上：やや劣位 中：良好 下：良好	上：不良 中：良好 下：ムラあり	1.915	1.920	1.910	比較例1－1
－	0	上：やや劣位 中：良好 下：やや劣位	上：やや劣位 中：良好 下：良好	上：不良 中：良好 下：やや劣位	1.900	1.915	1.890	比較例1－2
		炉頂側で二次再結晶不良混じり						

[0048] 表２に示すとおり、比較例１－２では、コイルの中央部において被膜外観が良好であったが、コイルの炉頂側（コイル上端）および炉床側（コイル下端）において被膜形成不足による被膜外観の劣化が起こっていた。また、磁気特性についても、主に炉頂側（コイル上端）において二次再結晶不良が一部発生していた。また、比較例１－１では、焼鈍分離剤の混合不足に起因して、特にコイルの炉床側（コイル下端）において被膜外観にムラが見られた。また、磁束密度も同様にやや劣化していた。これに対し、発明例１－１では、コイルの全長および全幅に渡って均一かつ良好な被膜外観が得られ、磁束密度も高位に安定していた。

[0049] （実施例２）

C：600ppm、Si：3.40%、Mn：0.15%、Al：300ppm、S：70ppm、Cr：0.12%、N：90ppm、P：0.02%、及びSn：0.05%を含み、残部がFeおよび不可避的不純物からなる成分組成の鋼スラブを、1150℃に加熱した後、熱間圧延して2.2mm厚とした後、1100℃で30秒の熱延板焼鈍を施し、900℃までを10℃/秒で冷却して900℃で短時間保持した後、急冷した。次いで、酸洗後にゼンジミアミルにて最終板厚0.23mmの冷延板とした。その後、820℃まで加熱し、湿水素雰囲気中で2分の脱炭焼鈍と、750℃で30秒のアンモニアガスを含む窒化焼鈍を行った。

[0050] 次いで、マグネシア主体の焼鈍分離剤を塗布した。具体的には、発明例２－１および比較例２－１として、ロールコーターによって、MgO：100重量部に対してTiO_2：8重量部を添加した10mass%のマグネシアスラリーを付着量80g/m^2で鋼帯の両面に均一に塗布し、実施例１と同装置で、ロールコーターの直後に配置したスプレーノズルによって、ホウ酸Na水溶液を鋼帯の両面に付着させた。ただし、発明例２－１では、図４に示すように、鋼帯の長手方向の両端から1000mの領域および鋼帯の幅方向の両端から100mmの領域を除いた範囲にホウ酸Na水溶液を付着させ、一方、比較例２－１では、鋼帯の表面全体にホウ酸Na水溶液を付着させた。なお、ホウ酸Na水溶液の付着量の割合は2%で、0.5重量部相当とした。また、比較例２－２として、ロールコーターによっ

て、MgO：100重量部に対してTiO_2：8重量部を添加した10mass%のマグネシアスラリーを付着量80g/m^2で鋼帯の両面に均一に塗布し、スプレーノズルによるホウ酸Na水溶液の付着は行わなかった。

[0051] その後、各鋼帯をコイル状に巻き取り、1200℃で20時間の仕上焼鈍を行った。なお、900℃までの昇温速度は15℃/hとし、900℃から1200℃までの昇温速度は10℃/hとした。雰囲気ガスは、H_2：75%とN_2：25%の混合ガスとした。次いで、850℃で20秒の平坦化焼鈍を行い、方向性電磁鋼板を得た。

[0052] 各方向性電磁鋼板について、磁束密度B_8および被膜外観を、コイル全体にわたって評価した。表３に評価結果を示す。

[0053] [表3]

表3

ホウ酸Naの重量部	ホウ酸Na水溶液の割合(%)	ホウ酸Na水溶液の付着領域	被膜外観	磁束密度B_8(T)の幅平均	備考
0.5	2	コイル両端1000m除く エッジから100mm除く	全長全幅で均一 美麗	全長にわたり幅平均で 1.930～1.935	発明例２－１
0.5	2	全面	コイル両端1000m付近まで幅エッジ外観悪い	コイル両端部:1.910 中央部:1.920～1.930	比較例２－１
－	0	－	コイル長手3000m前後で幅中央やや薄膜	コイル両端部:1.920 中央部:1.905～1.915	比較例２－２

[0054] 表３に示すとおり、比較例２－２では、コイルの長手方向の両端から約1000mの領域を除く、長手3000mの領域における幅中央部において、被膜形成が不十分であり、被膜がやや薄膜となっており、被膜特性に劣っていた。また、磁気特性についても、被膜がやや薄膜となった領域にほぼ対応する位置において、磁束密度が低下していた。比較例２－１では、コイルの長手方向の中央部では被膜特性が良好であったが、コイルの長手方向の両端から約1000m付近までの幅エッジ部では、被膜外観が劣化しており、コイルの長手方向の両端部における磁束密度は、コイルの長手方向の中央部における磁束密度よりもやや低下していた。これに対して、発明例２－１では、コイルの全長および全幅にわたって、均一かつ良好な被膜外観が得られ、磁束密度も高位に安定していた。

産業上の利用可能性

[0055] 本発明によれば、鋼板の全長および/または全幅にわたって、被膜特性およ

び磁気特性が均一かつ良好な方向性電磁鋼板が得られる。

符号の説明

[0056] 1 鋼帯

2 塗布ロール

3 スプレー装置

4 粗塗布ロール

5 スラリー供給ノズル

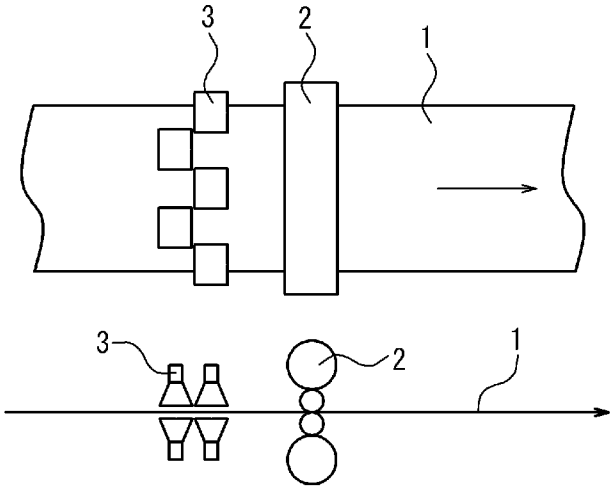
請求の範囲

[請求項1] 所定の成分組成を有する鋼スラブに、熱間圧延を施して熱延鋼板とし、該熱延鋼板に、１回または中間焼鈍を挟む２回以上の冷間圧延を施して冷延鋼板とし、該冷延鋼板に一次再結晶焼鈍を施し、該一次再結晶焼鈍後の冷延鋼板に、液体状またはスラリー状の焼鈍分離剤を塗布した後に、鋼板をコイル状に巻き取って仕上焼鈍を施す、方向性電磁鋼板の製造方法において、

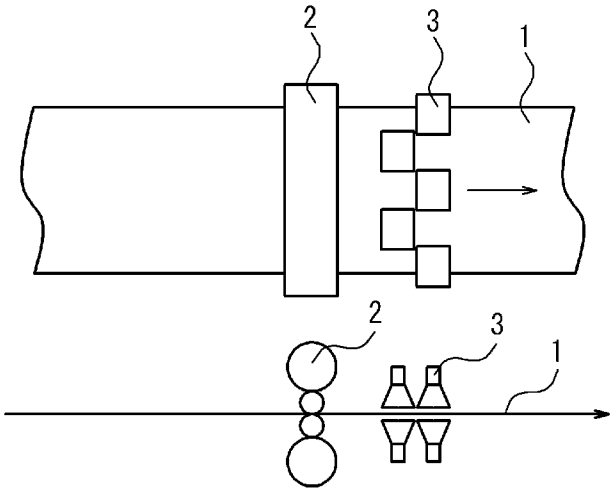
前記焼鈍分離剤を塗布する前もしくは後に、または、前記焼鈍分離剤を塗布すると同時に、前記焼鈍分離剤の成分を変更するための添加剤を、前記焼鈍分離剤と前記添加剤の合計に対して前記添加剤の重量比15%以下の範囲で添加し、前記一次再結晶焼鈍後の冷延鋼板の長手方向および/または幅方向で前記焼鈍分離剤の成分を変動させて付着させることを特徴とする方向性電磁鋼板の製造方法。

[請求項2] 液体状またはスラリー状の焼鈍分離剤を鋼板に塗布するための主設備と、前記焼鈍分離剤の成分を変更するための添加剤を、前記焼鈍分離剤と前記添加剤の合計に対して前記添加剤の重量比15%以下の範囲で添加し、前記鋼板の長手方向および/または幅方向で前記焼鈍分離剤の成分を変動させて付着させるための補助設備と、を備えることを特徴とする焼鈍分離剤の塗布設備。

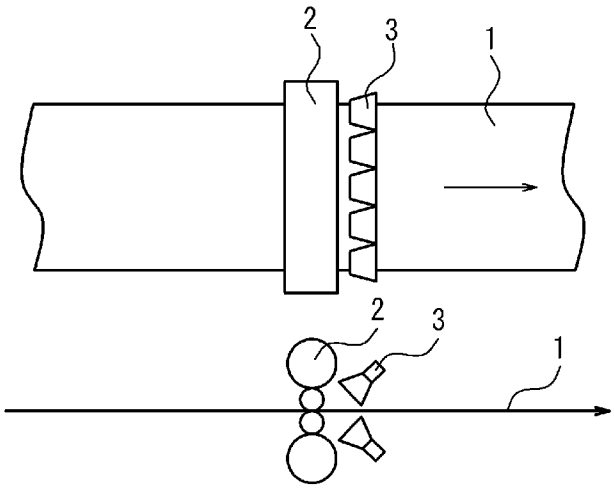
[図1A]



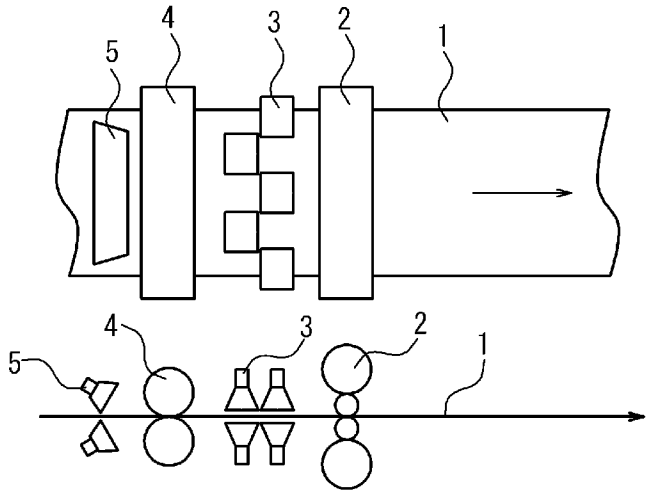
[図1B]



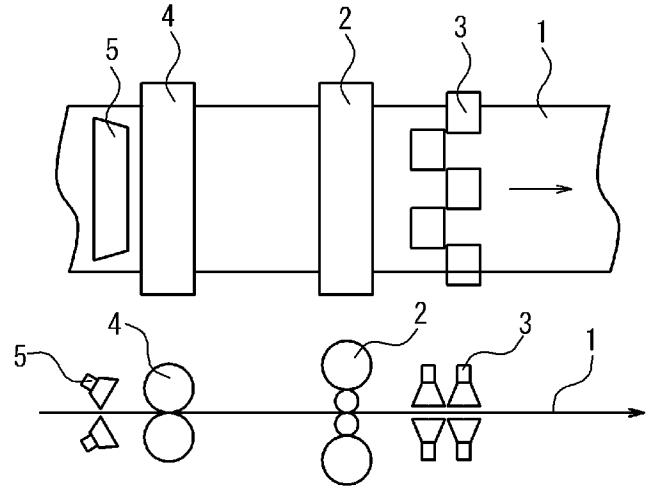
[図1C]



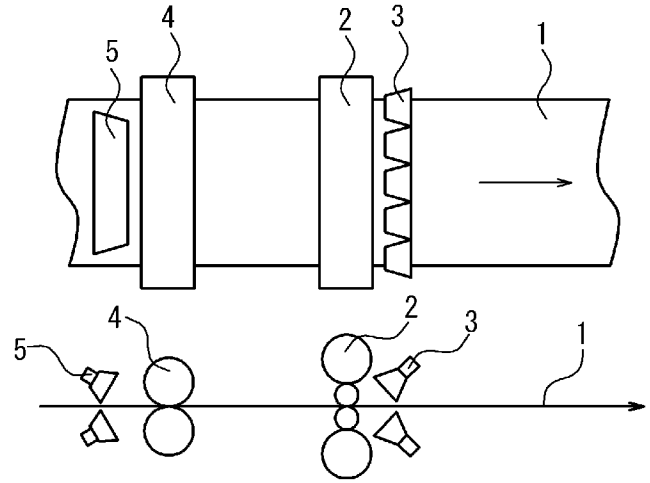
[図2A]



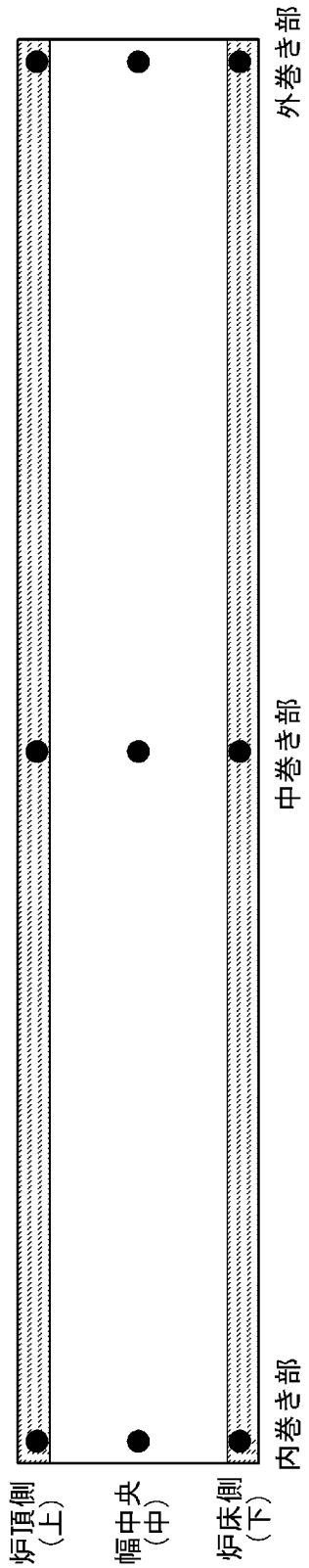
[図2B]



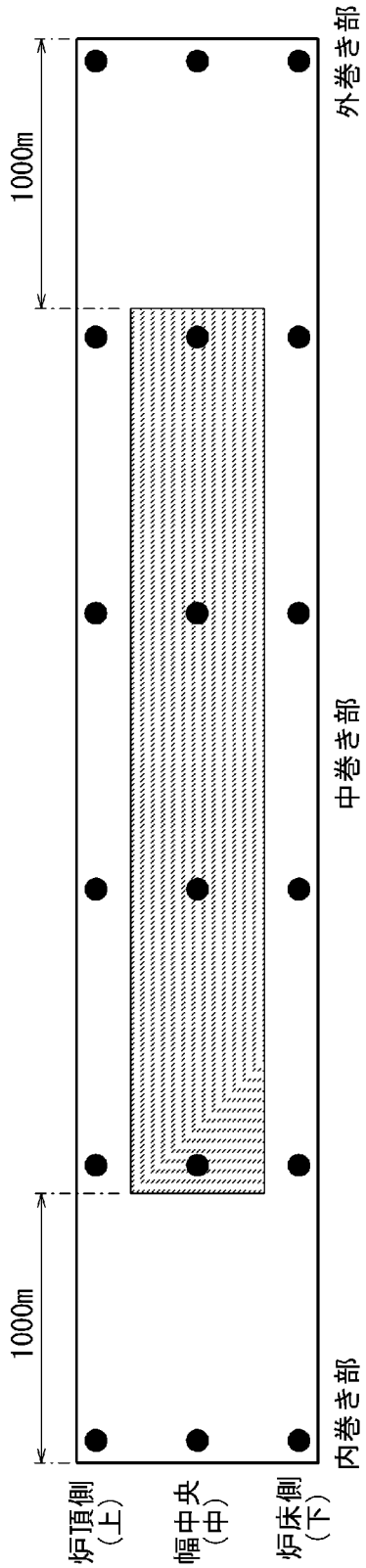
[図2C]



[図3]



[図4]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2020/013750

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C21D 9/46(2006.01)i; C22C 38/00(2006.01)i; C22C 38/60(2006.01)i; H01F 1/147(2006.01)i; C23C 22/00(2006.01)i; C23C 22/73(2006.01)i; C23C 22/77(2006.01)i
FI: C23C22/00 A; C21D9/46 501A; C23C22/73 A; H01F1/147 183; C22C38/00 303U; C22C38/60; C23C22/77
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C21D9/46; C22C38/00; C22C38/60; H01F1/147; C23C22/00; C23C22/73; C23C22/77

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2020
Registered utility model specifications of Japan	1996-2020
Published registered utility model applications of Japan	1994-2020

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 09-241754 A (KAWASAKI STEEL CORP.) 16.09.1997 (1997-09-16) paragraphs [0041]-[0052], fig. 6	1, 2
A	JP 11-350152 A (NIPPON STEEL CORP.) 21.12.1999 (1999-12-21) paragraphs [0013]-[0018]	1, 2

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
01 June 2020 (01.06.2020)	16 June 2020 (16.06.2020)

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2020/013750

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
JP 09-241754 A	16 Sep. 1997	(Family: none)	
JP 11-350152 A	21 Dec. 1999	(Family: none)	

国際調査報告

国際出願番号
PCT/JP2020/013750

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

C21D 9/46(2006.01)i; C22C 38/00(2006.01)i; C22C 38/60(2006.01)i; H01F 1/147(2006.01)i;
C23C 22/00(2006.01)i; C23C 22/73(2006.01)i; C23C 22/77(2006.01)i
FI: C23C22/00 A; C21D9/46 501A; C23C22/73 A; H01F1/147 183; C22C38/00 303U; C22C38/60; C23C22/77

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

C21D9/46; C22C38/00; C22C38/60; H01F1/147; C23C22/00; C23C22/73; C23C22/77

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０２０年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０２０年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０２０年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー*	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
X	JP 09-241754 A (川崎製鉄株式会社) 16.09.1997 (1997-09-16) 段落[0041]-[0052], 図6	1, 2
A	JP 11-350152 A (新日本製鐵株式会社) 21.12.1999 (1999-12-21) 段落[0013]-[0018]	1, 2

☐ Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☑ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー
“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
“E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
“L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
“P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
“X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
“Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
“&” 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
01.06.2020	16.06.2020

名称及びあて先
日本国特許庁(ISA/JP)
〒100-8915
日本国
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

権限のある職員（特許庁審査官）
萩原　周治 4E 9835
電話番号 03-3581-1101 内線 3425

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号
PCT/JP2020/013750

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP 09-241754 A	16.09.1997	（ファミリーなし）	
JP 11-350152 A	21.12.1999	（ファミリーなし）	