

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)(11) 공개번호 10-2025-0044373
(43) 공개일자 2025년03월31일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C23C 24/00 (2018.01) C01B 35/12 (2006.01)
C01F 5/02 (2006.01) C21D 8/12 (2006.01)
H01F 1/147 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C23C 24/00 (2018.01)
C01B 35/12 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2025-7006440
(22) 출원일자(국제) 2023년08월31일
심사청구일자 2025년02월26일
(85) 번역문제출일자 2025년02월26일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2023/031942
(87) 국제공개번호 WO 2024/048751
국제공개일자 2024년03월07일
- (30) 우선권주장
JP-P-2022-137911 2022년08월31일 일본(JP)
- (71) 출원인
닛폰세이테츠 가부시키가이샤
일본 도쿄도 치요다구 마루노우찌 2조메 6방 1고
- (72) 발명자
야마가타 류타로
일본 1008071 도쿄도 치요다구 마루노우치 2조메 6방 1고 닛폰세이테츠 가부시키가이샤 내
다케다 가즈토시
일본 1008071 도쿄도 치요다구 마루노우치 2조메 6방 1고 닛폰세이테츠 가부시키가이샤 내
다카하시 다카후미
일본 1008071 도쿄도 치요다구 마루노우치 2조메 6방 1고 닛폰세이테츠 가부시키가이샤 내
- (74) 대리인
양영준, 최인호, 성재동

전체 청구항 수 : 총 14 항

(54) 발명의 명칭 혼합 분말, MgO 입자, 방향성 전자 강판의 제조 방법, MgO 입자의 제조 방법 및 혼합 분말의 제조 방법

(57) 요약

이 혼합 분말은 MgO를 주제로 하는 어닐링 분리제용 혼합 분말이며, 상기 혼합 분말은 Al 및 B를 함유하고, 상기 혼합 분말의 전체에 포함되는 Al 함유량이 0.0007질량% 이상 0.050질량% 이하이고, 상기 혼합 분말의 전체에 포함되는 B 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하이고, 상기 B는 3배위 붕소를 함유하고, 상기 혼합 분말의 평균 입경이 0.08 μ m 이상 9.0 μ m 이하이고, 하기 (1)식을 충족한다.

$$0.06 \leq [Al] / [BO_3] < 5.00 \quad \dots (1) \text{식}$$

상기 (1)식 중, [Al]은 혼합 분말 중의 Al 함유량(질량%), [BO₃]은 혼합 분말 중의 상기 3배위 붕소의 함유량(질량%)이다.

(52) CPC특허분류

C01F 5/02 (2013.01)

C21D 8/1283 (2013.01)

H01F 1/14783 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

MgO를 주제로 하는 어닐링 분리제용 혼합 분말이며,
 상기 혼합 분말은 Al 및 B를 함유하고,
 상기 혼합 분말의 전체에 포함되는 Al 함유량이 0.0007질량% 이상 0.050질량% 이하이고,
 상기 혼합 분말의 전체에 포함되는 B 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하이고,
 상기 B는 3배위 붕소를 함유하고,
 상기 혼합 분말의 평균 입경이 $0.08\mu\text{m}$ 이상 $9.0\mu\text{m}$ 이하이고,
 하기 (1)식을 충족하는, 혼합 분말.

$$0.06 \leq [Al] / [BO_3] < 5.00 \quad \dots (1) \text{식}$$

상기 (1)식 중, [Al]은 혼합 분말 중의 Al 함유량(질량%), $[BO_3]$ 은 혼합 분말 중의 상기 3배위 붕소의 함유량(질량%)이다.

청구항 2

제1항에 있어서,
 상기 B 중 상기 3배위 붕소의 비율이 5질량% 이상 70질량% 미만인, 혼합 분말.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,
 Cl: 0.0005질량% 이상 0.0300질량% 이하, 및 Ti: 0.25질량% 이상 5.00질량% 이하로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상을 함유하는, 혼합 분말.

청구항 4

제3항에 있어서,
 Cl을 0.0005질량% 이상 0.0300질량% 이하 함유하는, 혼합 분말.

청구항 5

제3항에 있어서,
 Ti를 0.25질량% 이상 5.00질량% 이하 함유하는, 혼합 분말.

청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서,
 상기 혼합 분말은, MgO를 주제로 하는 MgO 입자와, B를 함유하는 B 함유 입자와, Al을 함유하는 Al 함유 입자를 함유하는, 혼합 분말.

청구항 7

Al 및 B를 함유하고,
 Al 함유량이 0.0007질량% 이상 0.050질량% 이하이고,
 B 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하이고,

상기 B는 3배위 붕소를 함유하고,
 평균 입경이 0.08 μ m 이상 9.0 μ m 이하이고,
 하기 (1)식을 충족하는, MgO 입자.

$$0.06 \leq [Al] / [B_2O_3] < 5.00 \quad \dots (1) \text{식}$$

상기 (1)식 중, [Al]은 MgO 입자 중의 Al 함유량(질량%), [B₂O₃]은 MgO 입자 중의 상기 3배위 붕소의 함유량(질량%)이다.

청구항 8

제1항 또는 제2항에 기재된 혼합 분말 또는 제7항에 기재된 MgO 입자를 함유하는 어닐링 분리제를 사용하는, 방향성 전자 강판의 제조 방법.

청구항 9

수산화마그네슘, 염기성 탄산마그네슘 및 탄산마그네슘으로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상을 함유하는 Mg 함유 원료 입자와, B를 함유하는 B 함유 원료 입자와, Al을 함유하는 Al 함유 원료 입자를 함유하는 원료 분말을, 대기 또는 질소 분위기 중에서 700℃ 이상 1100℃ 이하의 온도에서 소성하는, MgO 입자의 제조 방법.

청구항 10

제9항에 있어서,

상기 원료 분말의 질량에 대한 3배위 붕소의 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하인, MgO 입자의 제조 방법.

청구항 11

B 및 Al을 함유하는, 수산화마그네슘, 염기성 탄산마그네슘 및 탄산마그네슘으로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상을 함유하는 원료 입자를, 대기 또는 질소 분위기 중에서 700℃ 이상 1100℃ 이하의 온도에서 소성하는, MgO 입자의 제조 방법.

청구항 12

제11항에 있어서,

상기 원료 입자의 질량에 대한 3배위 붕소의 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하인, MgO 입자의 제조 방법.

청구항 13

수산화마그네슘, 염기성 탄산마그네슘 및 탄산마그네슘으로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상을 함유하는 Mg 함유 원료 입자와, B를 함유하는 B 함유 원료 입자와, Al을 함유하는 Al 함유 원료 입자를 함유하는 원료 분말을, 대기 또는 질소 분위기 중에서 700℃ 이상 1100℃ 이하의 온도에서 소성하는, 혼합 분말의 제조 방법.

청구항 14

제13항에 있어서,

상기 원료 분말의 질량에 대한 3배위 붕소의 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하인, 혼합 분말의 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 혼합 분말, MgO 입자, 방향성 전자 강판의 제조 방법, MgO 입자의 제조 방법 및 혼합 분말의 제조 방법에 관한 것이다. 본원은, 2022년 08월 31일에, 일본에 출원된 일본 특허 출원 제2022-137911호에 기초하여 우선권을 주장하고, 그 내용을 여기에 원용한다.

배경 기술

[0002] 방향성 전자 강판은 연자성 재료이며, 주로, 변압기의 철심 재료로서 사용된다. 그 때문에, 방향성 전자 강판에는, 고자화 특성 및 저철손이라고 하는 자기 특성이 요구된다. 철손이란, 철심을 교류 자장에서 여자한 경우에, 열에너지로서 소비되는 전력 손실이며, 에너지 절약의 관점에서, 철손은 가능한 한 낮은 것이 요구된다.

[0003] 방향성 전자 강판의 제조에서는, 일반적으로, 소정의 성분 조성으로 조정된 강 슬래브에, 열간 압연, 열연관 어닐링, 냉간 압연, 탈탄 어닐링 및 마무리 어닐링의 각 공정을 포함하는 제조 방법이 적용된다. 이들 공정 중, 마무리 어닐링 공정에서는, 코일상으로 권취된 강판을 고온에서 장시간 어닐링함으로써 결정 방위를 자기 특성에 양호한 Goss 방위에 집적시킨다(방위 집적도를 높임). 그 때, 코일의 시정을 방지하기 위해, 어닐링 분리제가 도포된다.

[0004] 코일에 도포되는 어닐링 분리제로서는, 산화마그네슘(MgO)을 주성분으로 하는 어닐링 분리제가 사용되는 경우가 많다. 그 이유는, MgO를 주성분으로 하는 어닐링 분리제를 사용하면, 마무리 어닐링 시에, 강판의 표면의 이산화규소(SiO_2)와 MgO가 반응하여 강판 표면에 강력을 작용시키고, 또한 강판에 절연성을 부여하는 역할을 하는 포르스테라이트(Mg_2SiO_4)계 피막(1차 피막)을 형성할 수 있기 때문이다. 즉, MgO를 주성분으로 하는 어닐링 분리제를 사용함으로써, 마무리 어닐링 시의 시정 방지뿐만 아니라, 방향성 전자 강판의 자기 특성의 향상을 도모할 수 있기 때문이다.

[0005] 상술한 바와 같이, 방향성 전자 강판의 제조에 있어서, 어닐링 분리제에 의해, 방향성 전자 강판의 특성은 변화할 수 있다. 그 때문에, 최근, 어닐링 분리제에 포함되는 산화마그네슘에 함유되는 미량 성분에 관한 연구가 행해지고 있다. 또한, 미량 성분의 함유량뿐만 아니라, 어닐링 분리제용 산화마그네슘 중의, 미량 성분 원소를 포함하는 화합물의 구조에 대해서도 검토가 행해지고 있다.

[0006] 예를 들어, 특허문헌 1에는, 붕소를 0.04질량% 이상 0.30질량% 이하 함유하고, 산화마그네슘을 주성분으로 하는 어닐링 분리제용 분말이며, 상기 붕소 중의 3배위 붕소의 비율이 70% 이상 95% 이하인 것을 특징으로 하는, 어닐링 분리제용 분말이 개시되어 있다.

[0007] 특허문헌 2에는, 수산화마그네슘 및 탄산마그네슘의 어느 한쪽 또는 양쪽과, 붕소를 포함하는 원료를 소성하고, 그 후, 소성물의 습도 조절에 의해 3배위 붕소비율을 조정하는 것을 특징으로 하는, 어닐링 분리제용 분말의 제조 방법이며, 해당 어닐링 분리제용 분말에 함유되는 붕소 중의 3배위 붕소의 비율이, 70% 이상 95% 이하인, 어닐링 분리제용 분말의 제조 방법이 개시되어 있다.

[0008] 특허문헌 1 및 2는, 모두, 1) 불순물의 순화에는 고온(1100°C 이상)에서의 피막 반응 거동이 영향을 미치고 있고, 2) 고온에서의 피막 반응 거동에는 3배위의 존재 형태의 붕소가 영향을 미치고 있고, 3) 4배위의 존재 형태의 붕소는, 불순물의 순화에 기여하지 않을 뿐만 아니라, 고온 어닐링 시에 강판에 침입하여 Fe_2B 를 형성하여, 반복 굽힘 열화의 원인을 만든다는, 지견에 기초하여, 3배위 붕소의 비율이 규정되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0009] (특허문헌 0001) 일본 특허 공개 제2017-128772호 공보
(특허문헌 0002) 일본 특허 공개 제2020-15982호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 특허문헌 1, 2에는, 어닐링 분리제용 분말에 있어서의, 붕소량이나 3배위 붕소 비율을 제어함으로써, 고온 하에

서의 반응성 부족에 기인하는 피막 외관 불량이나 강 중에서의 불순물의 순화 불량의 문제를 해결할 수 있다고 되어 있다. 그러나, 본 발명자들이 검토한 결과, MgO 중의 붕소의 함유량을 높인 경우, 자기 특성 및 피막 특성(외관, 피막 장력)은 개선되는 경우가 있지만, 과잉으로 붕소의 함유량을 높이면 강판 중에 붕소가 지나치게 침입하여, 피막 결함이 발생하는 경우가 있는 것을 알 수 있었다. 그 때문에, 특허문헌 1, 2의 기술에서는, 피막 결함의 생성을 억제한 외관 특성의 향상에 대해서는 충분하다고는 할 수 없었다.

[0011] 본 발명은 상기 문제를 감안하여 이루어진 것으로, 본 발명은 붕소의 적용에 의한 피막 결함의 생성을 억제하여, 외관 특성이 양호한 방향성 전자 강판을 제조하기 위한, 혼합 분말, MgO 입자, 방향성 전자 강판의 제조 방법, MgO 입자의 제조 방법 및 혼합 분말의 제조 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0012] 2차 재결정시에 존재하는 석출물(인hib이터)은 Goss 방위 이외의 결정립의 성장을 억제한다. 그 때문에, 석출물의 분해는 늦은 편이 좋다. 3배위 붕소는 저온에서 반응성이 높고, 피막 특성 및 자기 특성을 높이는 효과를 갖는다. 그러나, 본 발명자들에 의해, 3배위 붕소의 비율이 지나치게 높으면 저온에서의 석출물의 분해가 촉진되어, Goss 방위 이외의 방위의 결정립이 성장하기 쉬워지는 것을 알 수 있었다. 또한, 본 발명자들에 의해, 저온에서의 반응성이 작은 인hib이터로서의 Al 화합물의 비율을 크게 함으로써, 저온에서의 Al 화합물이 유지되어, Goss 방위의 결정립을 보다 한층 우선적으로 성장시킬 수 있는 것을 알 수 있었다.

[0013] 한편, 석출물이 잔존하고 있으면, 자기 특성이 열화되는 경우가 있다. 예를 들어, 붕소량이 과잉이면 붕소의 질화물이 생성되어 자기 특성이 열화되는 경우가 있다. 또한, Al의 양이 과잉이면 Al을 제거할 수 없어 Al에 의해 자기 특성이 열화되는 경우가 있다.

[0014] 본 발명자들은, 상기한 지견으로부터, 3배위 붕소량과 Al양에 적절한 범위가 있는 것을 발견하였다. 또한, 반응성에 대해서는 B 함유량 및 입경도 영향을 미치는 것을 발견하여, 본 발명자들이 예의 검토한 결과, 본 발명을 이루는 데 이르렀다.

[0015] 상기 지견에 기초하여 완성된 본 발명의 요지는, 이하와 같다.

[0016] [1] 본 발명의 일 형태에 관한 혼합 분말은, MgO를 주체로 하는 어닐링 분리제용 혼합 분말이며, 상기 혼합 분말은 Al 및 B를 함유하고, 상기 혼합 분말의 전체에 포함되는 Al 함유량이 0.0007질량% 이상 0.050질량% 이하이고, 상기 혼합 분말의 전체에 포함되는 B 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하이고, 상기 B는 3배위 붕소를 함유하고, 상기 혼합 분말의 평균 입경이 0.08 μ m 이상 9.0 μ m 이하이고, 하기 (1)식을 충족한다.

$$0.06 \leq [Al] / [BO_3] < 5.00 \quad \cdots (1) \text{식}$$

[0017] [0018] 상기 (1)식 중, [Al]은 혼합 분말 중의 Al 함유량(질량%), [BO₃]은 혼합 분말 중의 상기 3배위 붕소의 함유량(질량%)이다.

[0019] [2] 상기 [1]에 기재된 혼합 분말에서는, 상기 B 중 상기 3배위 붕소의 비율이 5질량% 이상 70질량% 미만인 것이 바람직하다.

[0020] [3] 상기 [1] 또는 [2]에 기재된 혼합 분말은, Cl: 0.0005질량% 이상 0.0300질량% 이하, 및 Ti: 0.25질량% 이상 5.00질량% 이하로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상을 함유하는 것이 바람직하다.

[0021] [4] 상기 [1] 내지 [3] 중 어느 것에 기재된 혼합 분말은, Cl을 0.0005질량% 이상 0.0300질량% 이하 함유하는 것이 바람직하다.

[0022] [5] 상기 [1] 내지 [4] 중 어느 것에 기재된 혼합 분말은, Ti를 0.25질량% 이상 5.00질량% 이하 함유하는 것이 바람직하다.

[0023] [6] 상기 [1] 내지 [5] 중 어느 것에 기재된 혼합 분말은, MgO를 주체로 하는 MgO 입자와, B를 함유하는 B 함유 입자와, Al을 함유하는 Al 함유 입자를 함유해도 된다.

[0024] [7] 또한, 본 발명의 다른 형태에 관한 MgO 입자는, Al 및 B를 함유하고, Al 함유량이 0.0007질량% 이상 0.0500질량% 이하이고, B 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하이고, 상기 B는 3배위 붕소를 함유하고, 평균 입경이 0.08 μ m 이상 9.0 μ m 이하이고, 하기 (1)식을 충족한다.

$$0.06 \leq [Al] / [BO_3] < 5.00 \dots (1) \text{식}$$

[0025]

[0026]

상기 (1)식 중, [Al]은 MgO 입자 중의 Al 함유량(질량%), [BO₃]은 MgO 입자 중의 상기 3배위 붕소의 함유량(질량%)이다.

[0027]

[8] 또한, 본 발명의 또 다른 형태에 관한 방향성 전자 강관의 제조 방법에서는, 상기 [1] 내지 [6] 중 어느 것에 기재된 혼합 분말 또는 상기 [7]에 기재된 MgO 입자를 함유하는 어닐링 분리체를 사용한다.

[0028]

[9] 또한, 본 발명의 또 다른 형태에 관한 MgO 입자의 제조 방법은, 수산화마그네슘, 염기성 탄산마그네슘 및 탄산마그네슘으로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상을 함유하는 Mg 함유 원료 입자와, B를 함유하는 B 함유 원료 입자와, Al을 함유하는 Al 함유 원료 입자를 함유하는 원료 분말을, 대기 또는 질소 분위기 중에서 700℃ 이상 1100℃ 이하의 온도에서 소성한다.

[0029]

[10] 상기 [9]에 기재된 MgO 입자의 제조 방법에서는, 상기 원료 분말의 질량에 대한 3배위 붕소의 함유량이 0.010질량% 이상 0.040질량% 이하여도 된다.

[0030]

[11] 또한, 본 발명의 또 다른 형태에 관한 MgO 입자의 제조 방법은, B 및 Al을 함유하는, 수산화마그네슘, 염기성 탄산마그네슘 및 탄산마그네슘으로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상을 함유하는 원료 입자를, 대기 또는 질소 분위기 중에서 700℃ 이상 1100℃ 이하의 온도에서 소성한다.

[0031]

[12] 상기 [11]에 기재된 MgO 입자의 제조 방법에서는, 상기 원료 입자의 질량에 대한 3배위 붕소의 함유량이 0.010질량% 이상 0.040질량% 이하여도 된다.

[0032]

[13] 또한, 본 발명의 또 다른 형태에 관한 혼합 분말의 제조 방법은, 수산화마그네슘, 염기성 탄산마그네슘 및 탄산마그네슘으로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상을 함유하는 Mg 함유 원료 입자와, B를 함유하는 B 함유 원료 입자와, Al을 함유하는 Al 함유 원료 입자를 함유하는 원료 분말을, 대기 또는 질소 분위기 중에서 700℃ 이상 1100℃ 이하의 온도에서 소성한다.

[0033]

[14] 상기 [13]에 기재된 혼합 분말의 제조 방법에서는, 상기 원료 분말의 질량에 대한 3배위 붕소의 함유량이 0.010질량% 이상 0.040질량% 이하여도 된다.

발명의 효과

[0034]

본 발명에 따르면, 붕소의 적용에 의한 피막 결함의 생성을 억제하여, 외관 특성이 양호한 방향성 전자 강관을 제조하기 위한, 혼합 분말, MgO 입자, 방향성 전자 강관의 제조 방법, MgO 입자의 제조 방법 및 혼합 분말의 제조 방법을 제공할 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0035]

<혼합 분말>

[0036]

본 발명의 일 실시 형태에 관한 혼합 분말은 MgO를 주제로 하는 어닐링 분리제용 혼합 분말이며, 상기 혼합 분말은 Al 및 B를 함유하고, 혼합 분말의 전체에 포함되는 Al 함유량이 0.0007질량% 이상 0.050질량% 이하이고, 상기 혼합 분말의 전체에 포함되는 B 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하이고, 상기 B는 3배위 붕소를 함유하고, 상기 혼합 분말의 평균 입경이 0.08μm 이상 9.0μm 이하이고, 하기 (1)식을 충족한다.

$$0.06 \leq [Al] / [BO_3] < 5.00 \dots (1) \text{식}$$

[0037]

[0038]

상기 (1)식 중, [Al]은 혼합 분말 중의 Al 함유량(질량%), [BO₃]은 혼합 분말 중의 상기 3배위 붕소의 함유량(질량%)이다. 이하에 상세하게 설명한다.

[0039]

본 실시 형태에 관한 혼합 분말은 MgO를 주제로 한다. 혼합 분말은, 예를 들어 50.0질량% 이상의 MgO를 함유한다. 혼합 분말에 있어서의 MgO의 비율은, 바람직하게는 80.0질량% 이상이며, 보다 바람직하게는 90.0질량% 이상이다.

[0040]

혼합 분말은 MgO 입자를 포함하지만, 혼합 분말에 포함되는 MgO 입자에는, 후술하는 본 발명의 일 실시 형태에 관한 MgO 입자에 한정되지 않고, 예를 들어 혼합 분말의 MgO의 비율이 50.0질량% 이상이 되는 MgO 입자를 사용

할 수 있다.

- [0041] [Al 함유량이 0.0007질량% 이상 0.050질량% 이하]
- [0042] 혼합 분말은 Al을 함유한다. 혼합 분말의 전체에 포함되는 Al 함유량이 0.0007질량% 미만이면, 질소를 고정하는 Al양이 감소하여, 피막의 외관이 열화된다. 한편, 혼합 분말의 전체에 포함되는 Al 함유량이 0.050질량% 초과이면, 자기 특성이 열화된다. 따라서, 혼합 분말의 전체에 포함되는 Al 함유량은, 0.0007질량% 이상 0.050질량% 이하이다. 혼합 분말의 전체에 포함되는 Al 함유량은, 0.003질량% 이상, 0.004질량% 이상, 또는 0.005질량% 이상이어도 된다. 또한, 혼합 분말의 전체에 포함되는 Al 함유량은 0.045질량% 이하, 0.040질량% 이하, 또는 0.030질량% 이하여도 된다.
- [0043] 혼합 분말은, 예를 들어 Al을 함유하는 Al 함유 입자를 포함한다. Al 함유 입자에는, Al 화합물이 포함되고, Al 화합물로서는, 예를 들어 Al_2O_3 , AlN, $Al(OH)_3$, $AlO(OH)$ 등을 들 수 있다.
- [0044] 본 실시 형태에 관한 혼합 분말은 붕소(B)를 함유한다. 혼합 분말은, 예를 들어 B를 함유하는 B 함유 입자를 포함한다. B 함유 입자에는, 순붕소 및 B 화합물 중 적어도 어느 것이 포함되면 되고, B 화합물로서는, 예를 들어 $Na_2B_4O_7$, 붕사, 붕산칼슘, 붕산마그네슘 등을 들 수 있다.
- [0045] [B 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하]
- [0046] 혼합 분말은 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하의 붕소(B)를 함유한다. B 함유량이 0.005질량% 미만이면, 붕소가 부족함으로써, 피막의 구조가 강화되지 않고, 강판으로부터 가스가 방출될 때에 피막의 파괴가 발생하기 때문에, 방향성 전자 강판의 외관이 열화된다. 또한, B 함유량이 0.005질량% 미만이면, 붕소가 부족함으로써 피막의 두께가 불균일해지기 때문에, 방향성 전자 강판의 피막 장력이 열화된다. B 함유량은, 바람직하게는 0.008질량% 이상이며, 보다 바람직하게는, 0.010질량% 이상이다.
- [0047] 한편, 혼합 분말에 포함되는 B 함유량이 0.040질량% 초과이면, 내부 산화층의 내열성이 지나치게 높아져, 강판 중의 질소 등, 마무리 어닐링시의 온도에서 가스가 되는 가스 원소의 분위기 중으로의 투과가 지나치게 저해됨으로써, 가스압이 지나치게 높아진 후, 피막의 파괴를 수반하여 가스가 방출됨으로써 방향성 전자 강판의 외관이 열화된다. 그 때문에, 혼합 분말에 있어서의 B 함유량을 0.040질량% 이하로 한다. B 함유량은, 바람직하게는 0.035질량% 이하이고, 보다 바람직하게는 0.030질량% 이하이다.
- [0048] 혼합 분말의 Al 함유량 및 B 함유량은, 유도 결합 플라즈마 질량 분석법(ICP-MS)을 사용한 정량 분석을 행함으로써 구한다. ICP-MS에서의 정량 분석 시에는, 혼합 분말을 염산과 질산의 혼산에 녹여서 실시한다. 이때, 용액의 잔사가 있으면, 잔사를 회수하고, 알칼리 용액에 녹여 분석을 한다.
- [0049] $[0.06 \leq [Al]/[BO_3] < 5.00]$
- [0050] 혼합 분말에 함유되는 붕소는, 3배위 붕소(BO_3) 및 4배위 붕소(BO_4)의 상태로 존재한다. 3배위 붕소란, 붕소 원자의 둘레에 산소가 3개 배위한 3배위 구조를 취하는 붕소이며, 4배위 붕소란, 붕소 원자의 둘레에 산소가 4개 배위한, 4배위 구조를 취하는 붕소이다. 3배위 붕소 이외의 붕소는 4배위 붕소로서 존재한다.
- [0051] 3배위 붕소와 4배위 붕소의 반응에 대해 조사한 결과, 3배위 붕소와 4배위 붕소에서는, 피막 결합이나 외관 특성에 미치는 영향이 다른 것을 알 수 있었다. 구체적으로는, 3배위 붕소는 4배위 붕소보다도 피막 형성을 촉진하면서, 석출물의 분해에 의해 큰 영향을 미친다. 또한, 3배위 붕소의 양이 지나치게 많으면, 피막 형성과 석출물의 분해 반응이 저온에서 집중하여 지나치게 일어나, 가스 방출에 의한 피막 파괴가 발생하는 것을 알 수 있었다. 그 때문에, 석출물의 분해 타이밍을 어긋나게 함으로써, 피막 파괴를 방지하면서, 양호한 피막을 형성시킬 수 있는 것을 알 수 있었다. 입경이 작을수록, 또한 3배위 붕소율이 높을수록, 저온에서 피막이 형성되는 것에 의한 석출물 분해가 촉진된다.
- [0052] 혼합 분말에 함유되는 3배위 붕소 함유량과 혼합 분말에 함유되는 Al 함유량이 하기 (1)식을 충족시킴으로써, 방향성 전자 강판의 2차 재결정을 개선하면서, 순화예의 악영향을 억제할 수 있다.
- [0053] $0.06 \leq [Al]/[BO_3] < 5.00 \dots (1) \text{식}$
- [0054] 상기 (1)식 중, [Al]은 혼합 분말 중의 Al 함유량(질량%), $[BO_3]$ 은 혼합 분말 중의 상기 3배위 붕소의 함유량

(질량%)이다.

- [0055] $[Al]/[BO_3]$ 이 0.06 미만이면, 2차 재결정 시의 비교적 저온의 단계에 있어서 질소를 고정하는 Al양이 부족하기 때문에, BO_3 에 의한 피막의 가스 방출 억제 효과가 지나치게 강해지고, 저온의 단계에서 가스 방출에 수반하는 피막이 파괴되기 쉬워지므로, 강판의 표면의 산화막이 불균일한 외관을 나타내어, 방향성 전자 강판의 외관이 열화된다. $[Al]/[BO_3]$ 은, 바람직하게는 0.08 이상이며, 보다 바람직하게는, 0.15 이상이다.
- [0056] 한편, $[Al]/[BO_3]$ 이 5.00 이상이면, BN의 형성이 적기 때문에, Al 질화물이 많이 형성되고, 2차 재결정시의 비교적 고온의 단계에 이르기까지 Al 질화물이 유지된다. 이들 질화물은 고온에서 분해되고, 질화물의 분해에 의해 발생한 질소가, BO_3 이 적은 것에 의한 강도가 작은 피막을 파괴하여 방출되기 때문에, 방향성 전자 강판의 외관이 열화된다. $[Al]/[BO_3]$ 은, 바람직하게는 4.5 이하이고, 보다 바람직하게는 4.0 이하이다.
- [0057] 혼합 분말 중 3배위 붕소의 함유량 $[BO_3]$ 은, ICP-MS에서 정량된 B 함유량에, 후술하는 방법으로 구해진 B 중 3배위 붕소의 비율을 곱함으로써 구할 수 있다.
- [0058] [B 중 3배위 붕소의 비율이 5질량% 이상 70질량% 미만]
- [0059] 혼합 분말은, 혼합 분말 중 B의 함유량에 대해 5질량% 이상 70질량% 미만의 3배위 붕소를 함유하는 것이 바람직하다. B 중 3배위 붕소의 비율이 5질량% 이상이면, 자기 특성 및 피막 특성을 향상시킬 수 있다. B 중 3배위 붕소의 비율은, 보다 바람직하게는 8질량% 이상이다.
- [0060] 한편, B 중 3배위 붕소의 비율이 70질량% 이상이면, 반응성이 지나치게 높아지고, 석출물의 분해가 촉진되어, Goss 방위 이외의 방위에 결정립이 성장하기 쉬워지는 경우가 있다. 그 결과, 자기 특성이 저하되는 경우가 있다. B 중 3배위 붕소의 비율은, 보다 바람직하게는 50질량% 이하이다. 또한, 3배위 붕소는, 주로 전술한 B 함유 입자에 포함되지만, MgO 입자, Al 함유 입자에 포함되어 있어도 된다.
- [0061] 혼합 분말에 함유되는 B 중, 3배위 붕소가 차지하는 비율은, 이하의 방법으로 구한다. NMR(Nuclear Magnetic Resonance; 핵자기공명)로 측정을 행하고, 얻어진 스펙트럼에 있어서, 27ppm 이하, 6ppm 이상의 범위에 있는 피크를 3배위 붕소, 6ppm 미만, -6ppm 이상의 범위에 있는 피크를 4배위 붕소로 하여, 3배위 붕소의 피크 적분 면적을, 3배위 붕소의 피크 적분 면적과 4배위 붕소의 피크의 적분 면적의 합계 적분 면적으로 나눈 값을 B 중 3배위 붕소의 비율로 한다.
- [0062] 혼합 분말에 있어서의 Al 함유량은, 상술한 방법으로 ICP-MS에 의해 정량 분석한다.
- [0063] [Cl: 0.0005질량% 이상 0.0300질량% 이하]
- [0064] Cl(염소)은 탈탄 어닐링 후의 강판의 표면에 형성된 SiO_2 와의 반응성을 높이는 원소이다. 본 실시 형태에 관한 혼합 분말이 Cl을 0.0005질량% 이상 함유함으로써, 또한 피막 특성이 개선되므로 바람직하다. Cl 함유량은, 보다 바람직하게는 0.0008질량% 이상이다.
- [0065] 한편, Cl 함유량이 0.0300질량%를 초과하면, 그 산화물 용해 효과의 강도로부터, 탈황을 지나치게 억제할 가능성이 있다. Cl 함유량이 0.0300질량% 이하이면 탈황을 충분히 억제할 수 있다. 따라서, Cl 함유량은, 바람직하게는 0.0300질량% 이하이다. Cl 함유량은, 보다 바람직하게는 0.0250질량% 이하이다.
- [0066] [Ca, Sr 및 Ba로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상을 합계로, 0.02질량% 이상 4.00질량% 이하]
- [0067] Ca(칼슘), Sr(스트론튬) 및 Ba(바륨)는 Cl과 마찬가지로, SiO_2 의 반응성을 높이는 원소이다. 그 때문에, Ca, Sr 및 Ba로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상을 합계로, 0.02질량% 이상 함유함으로써, 더욱 밀착성이 개선되므로 바람직하다.
- [0068] 한편, Ca, Sr 및 Ba로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 합계 함유량이 4.00질량%를 초과하면, 그 황화 경향의 강도로부터, 강판의 탈황이 일어나는 경우가 있다. Ca, Sr 및 Ba로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 합계 함유량이 4.00질량% 이하이면, 탈황을 충분히 억제할 수 있다. 따라서, Ca, Sr 및 Ba로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 합계 함유량은, 바람직하게는 4.00질량% 이하이다.
- [0069] Ca는, Ca 화합물로서, 혼합 분말에 함유될 수 있다. Ca 화합물로서는, 예를 들어 황산칼슘, 반수석고, 소석고, 석고를 들 수 있다. Sr은, Sr 화합물로서, 혼합 분말에 함유될 수 있다. Sr 화합물로서는, 예를 들어 황산스

트론튬을 들 수 있다. Ba는, Ba 화합물로서, 혼합 분말에 함유될 수 있다. Ba 화합물로서는, 예를 들어 황산 바륨을 들 수 있다. Cl, Sr 및 Ba는, 각각을 주로 함유하는 입자로서 혼합 분말에 함유되어도 되고, 혼합 분말을 구성하는 전술한 입자에 함유되어도 된다.

[0070] [Ti: 0.25질량% 이상 5질량% 이하]

[0071] Ti(티타늄)는, 산화물로서 또는 마무리 어닐링의 초기에 산화물이 된 후, 고온에서의 어닐링 분위기 중의 산소 분압을 TiO_2 의 분해 산소 분압 정도로 조정하여, 피막의 형성량의 증가를 돕는 원소이다. 본 실시 형태에 관한 혼합 분말이 Ti를 0.25질량% 이상 함유함으로써, 상기 효과를 얻을 수 있다. Ti함유량은, 보다 바람직하게는, 0.5질량% 이상이다.

[0072] 한편, Ti 함유량이 5질량% 이하이면, 과잉의 산소 방출에 의한 자기 특성의 열화를 억제할 수 있다. 따라서, Ti 함유량은 바람직하게는 5질량% 이하이다. Ti 함유량은, 보다 바람직하게는 4질량% 이하이다.

[0073] Ti는, 예를 들어 TiO_2 , 티타늄산염, 붕화티타늄, 질화티타늄, $BaTiO_3$ 으로서, 혼합 분말에 함유될 수 있다. Ti는, 각각의 화합물을 주로 함유하는 입자로서 혼합 분말에 함유되어도 되고, 혼합 분말을 구성하는 전술한 입자에 함유되어도 된다.

[0074] Cl, Ca, Sr, Ba 및 Ti의 함유량은, 상술한 방법으로 ICP-MS에 의해 정량 분석한다.

[0075] [불순물]

[0076] 본 실시 형태에 관한 혼합 분말에 있어서의 상기 이외의 성분은 MgO 및 불순물이다. 불순물로서는, 예를 들어 Fe, Si 등을 들 수 있다. 불순물 원소의 각 함유량이 0.5질량% 이하, 또는 합계량으로 1.0질량% 이하이면, 방향성 전자 강판의 자기 특성 또는 피막 특성에의 영향이 작다.

[0077] [혼합 분말의 평균 입경]

[0078] 혼합 분말의 평균 입경은 체적 기준의 원 상당 평균 입경으로 $0.08\mu m$ 이상, $9.0\mu m$ 이하이다. 혼합 분말의 평균 입경이 $0.08\mu m$ 미만이면, 어닐링 분리제로서, 강판끼리의 시정을 방지할 수 없어, 피막의 형성이 불완전해지고, 자기 특성이 열화된다. 또한, 혼합 분말의 평균 입경이 $0.08\mu m$ 미만이면, 피막의 형성이 불완전해져, 외관이 열화된다. 또한, 혼합 분말의 평균 입경이 $0.08\mu m$ 미만이면, 피막의 형성이 불완전해지고, 피막 장력이 열화된다. 혼합 분말의 평균 입경은 바람직하게는 $0.2\mu m$ 이상이다. 한편, 혼합 분말의 평균 입경이 $9.0\mu m$ 초과이면, 강판과의 반응성이 낮기 때문에, 피막의 형성이 불충분해진다. 혼합 분말의 평균 입경은, 바람직하게는 $7.0\mu m$ 이하이고, 보다 바람직하게는, $6.0\mu m$ 이하이다.

[0079] 혼합 분말의 평균 입경은, 레이저 회절식 입도 분포 측정 장치(HORIBA 가부시기가이샤 제조, (장치명)LA-920)로, 체적 빈도의 입도 분포를 측정하고, 원 상당 직경에서의 평균 입경을 혼합 분말의 평균 입경으로 한다. 굴절률을 1.74로 하고, 순수 중에서 초음파에 의한 분산 처리를 실시하여 혼합 분말의 평균 입경의 측정을 실시한다.

[0080] <혼합 분말의 제조 방법>

[0081] 전술한 본 실시 형태에 관한 혼합 분말은, 수산화마그네슘, 염기성 탄산마그네슘 및 탄산마그네슘으로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상을 함유하는 Mg 함유 원료 입자와, B를 함유하는 B 함유 원료 입자와, Al을 함유하는 Al 함유 원료 입자를 함유하는 원료 분말을, 대기 또는 질소 분위기 중에서 $700^\circ C$ 이상 $1100^\circ C$ 이하의 온도에서 소성함으로써 제조된다.

[0082] B 함유 원료 입자에는, Mg 함유 원료 입자, 붕소, 붕산, 붕화마그네슘, 붕산나트륨, 붕사 등이 포함된다. B 함유 원료 입자에는, 예를 들어 0.01질량% 이상의 B가 포함된다.

[0083] Al 함유 원료 입자에는, Mg 함유 원료 입자, Al_2O_3 , AlN, $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, $Al(OH)_3$, $AlO(OH)$ 등이 포함된다. Al 함유 원료 입자에는, 예를 들어 0.01질량% 이상의 Al이 포함된다.

[0084] 원료 분말을 구성하는, Mg 함유 원료 입자, Al 함유 원료 입자 및 B 함유 원료 입자의 각 입경은, 예를 들어 전술한 혼합 분말의 평균 입경이 얻어지는 입경이어도 되고, 그보다 큰 입경이어도 된다. 원료 분말의 입경이 혼합 분말의 평균 입경보다 큰 경우, 공지의 방법에 의해 소성하여 얻어진 혼합 분말을 분쇄 또는 분급하면 된다. Mg 함유 원료 입자, Al 함유 원료 입자 및 B 함유 원료 입자의 각 입경은, 예를 들어 $0.08\mu m$ 이상, 또는 $0.10\mu m$ 이상이면 된다. 또한, Mg 함유 원료 입자, Al 함유 원료 입자 및 B 함유 원료 입자의 각 입경은, 예를 들어 15

μm 이하, 또는 $10\mu\text{m}$ 이하이면 된다.

- [0085] 또한, 원료 분말에는, 적절하게, Cl, Ca, Sr, Ba 및 Ti가 포함되어도 된다. 이들 원소가 원료 분말에 포함되는 경우에는, 하나의 입자에 이들 원소의 1종 이상이 포함되어 있으면 된다.
- [0086] 원료 분말 중의 Al 함유량은, 0.0007질량% 이상 0.050질량% 이하인 것이 바람직하다. 원료 입자의 Al 함유량이 0.0007질량% 이상 0.050질량% 이하이면, 제조된 혼합 분말의 Al 함유량을 0.0007질량% 이상 0.050질량% 이하로 할 수 있다. 원료 분말 중의 Al 함유량은, 0.003질량% 이상, 0.004질량% 이상, 또는 0.005질량% 이상이어도 된다. 또한, 원료 분말 중의 Al 함유량은 0.045질량% 이하, 0.040질량% 이하, 또는 0.030질량% 이하여도 된다. 단, 원료 분말 중에 소성에 의해 휘발되는 성분이 포함되어 있는 경우에는, 그 성분량을 고려하여, 원료 분말 중의 Al 함유량을 조정한다.
- [0087] Al은, 상술한 Al 함유 원료 입자에 주로 함유되지만, 원료 분말을 구성하는 다른 입자, 예를 들어 Mg 함유 원료 입자, B 함유 원료 입자, Ti 함유 입자 등에 함유되어도 된다.
- [0088] 원료 분말 중의 B 함유량은, 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하인 것이 바람직하다. 원료 입자의 B 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하이면, 제조된 혼합 분말의 B 함유량을 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하로 할 수 있다. B 함유량은, 보다 바람직하게는, 0.006질량% 이상이며, 더욱 바람직하게는, 0.008질량% 이상이다. 또한, B 함유량은, 보다 바람직하게는, 0.036질량% 이하이고, 더욱 바람직하게는, 0.032 질량 이하이다. 단, 원료 분말 중에 소성에 의해 휘발하는 성분이 포함되어 있는 경우에는, 그 성분량을 고려하여, 원료 분말 중의 B 함유량을 조정한다.
- [0089] B는, 상술한 B 함유 원료 입자에 주로 함유되지만, 원료 분말을 구성하는 다른 입자, 예를 들어 Mg 함유 원료 입자, Al 함유 원료 입자, Ti 함유 입자 등에 함유되어도 된다.
- [0090] 원료 분말 중의 Al 함유량 및 B 함유량은, 상술한 방법으로 ICP-MS에 의해 정량 분석한다.
- [0091] 원료 분말의 질량에 대한 3배위 붕소의 함유량은, 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하인 것이 바람직하고, 0.010질량% 이상 0.030질량% 이하인 것이 보다 바람직하다. 또한, 원료 분말의 B 함유량에 대한 3배위 붕소의 함유량은, 5% 이상 70% 이하인 것이 바람직하다. 원료 분말의 질량에 대한 3배위 붕소의 함유량 또는 B 함유량에 대한 3배위 붕소의 함유량이 상기 범위에 있으면, 소성한 후의 혼합 분말에 있어서의 3배위 붕소가 상기 (1)식을 보다 확실하게 충족한다.
- [0092] 원료 분말 중의 3배위 붕소의 함유량 $[\text{BO}_3]$ 은, ICP-MS에서 정량된 B 함유량에, 먼저 설명한 방법으로 구해진 B 중 3배위 붕소의 비율을 곱함으로써 구해진다.
- [0093] 원료 분말은, 대기 분위기 또는 질소 분위기에서, 700°C 이상 1100°C 이하의 온도에서 소성된다.
- [0094] 소성 분위기가 대기 분위기 또는 질소 분위기 이외이면 경제적으로 불리해지므로, 바람직하지 않다.
- [0095] 또한, 소성 온도가 700°C 미만이면, 소성이 불충분해진다. 따라서, 소성 온도를 700°C 이상으로 한다. 소성 온도는, 바람직하게는 720°C 이상, 보다 바람직하게는 750°C 이상이다. 한편, 소성 온도를 1100°C 이하로 함으로써, 소성된 3배위 붕소의 화학 구조가 안정화되면서, 입경을 크게 변화시키지 않고 혼합 분말 중의 3배위 붕소의 비율을 높일 수 있다. 따라서, 소성 온도는 1100°C 이하로 한다. 소성 온도는, 바람직하게는 1080°C 이하, 보다 바람직하게는 1040°C 이하이다.
- [0096] 소성 시간은, 예를 들어 5분 이상 120분 이하로 할 수 있다. 소성 불균일 해소의 관점에서, 소성 시간은, 바람직하게는 8분 이상이며, 보다 바람직하게는 10분 이상이다. 한편, 경제성의 관점에서, 소성 시간은, 바람직하게는 80분 이하이고, 보다 바람직하게는 60분 이하이다.
- [0097] 여기까지, 혼합 분말의 제조 방법을 설명하였다.
- [0098] 상기한 혼합 분말의 제조 방법에서는, Mg원이 되는 입자, B원이 되는 입자, Al원이 되는 입자는, 각각 다른 것을 전제로 하여, 원료 분말이 Mg 함유 원료 입자와, B 함유 원료 입자와, Al 함유 원료 입자를 포함하는 양태를 설명하였다. 그러나, 이러한 양태에 한정되지 않고, Mg원이 되는 Mg 함유 원료 입자가 B원 및 / 또는 Al원이 되도록, B 및 / 또는 Al을 함유해도 되고, 그 밖의 원소를 함유해도 된다. B 함유 원료 입자가 Al을 함유해도 되고, 그 밖의 원소를 함유해도 된다.
- [0099] 또한, 전술한 본 실시 형태에 관한 혼합 분말은 MgO 입자와, Al 함유 입자와, 3배위 붕소를 함유하는 B 함유 입

자를, MgO가 주제가 되고, B 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하가 되고, 평균 입경이 0.08 μ m 이상 9.0 μ m 이하가 되고, 또한 상기 (1)식을 만족하도록 혼합함으로써 제조되어도 된다.

[0100] <MgO 입자>

[0101] 본 발명의 일 실시 형태에 관한 MgO 입자는, Al 및 B를 함유하고, Al 함유량이 0.0007질량% 이상 0.050질량% 이하이고, B 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하이고, 상기 B는 3배위 붕소를 함유하고, 평균 입경이 0.08 μ m 이상 9.0 μ m 이하이고, 하기 (1)식을 충족한다.

$$0.06 \leq [Al] / [BO_3] < 5.00 \dots (1) \text{식}$$

[0103] 상기 (1)식 중, [Al]은 MgO 입자 중의 Al 함유량(질량%), [BO₃]은 MgO 입자 중의 상기 3배위 붕소의 함유량(질량%)이다.

[0104] 본 실시 형태에 관한 MgO 입자의 상기 특징은, 전술한 혼합 분말의 특징과 마찬가지로, 여기서의 상세한 설명은 생략한다. 또한, 본 실시 형태에 관한 MgO 입자에서는, 혼합 분말과 마찬가지로, B 중 상기 3배위 붕소의 비율이 5질량% 이상 70질량% 미만인 것이 바람직하다. 또한, MgO 입자는, 혼합 분말과 마찬가지로, Cl을 0.0005질량% 이상 0.0300질량% 이하 함유하는 것이 바람직하다. 또한, MgO 입자는, 혼합 분말과 마찬가지로, Ti를 0.25질량% 이상 5.0질량% 이하 함유하는 것이 바람직하다. 단, MgO 입자가 상기 성분을 함유한다는 것은, MgO 분말을 구성하는 MgO 입자 내에 상기 성분을 함유하는 것을 가리키고, MgO 입자 이외의 입자가 단독으로 존재하는 것은 아닌 것을 가리키고 있다.

[0105] <MgO 입자의 제조 방법>

[0106] 전술한 MgO 입자는, 이하의 (I) 또는 (II)의 제조 방법에 의해 제조된다.

[0107] (I)

[0108] 수산화마그네슘(Mg(OH)₂), 염기성 탄산마그네슘(mMgCO₃ · Mg(OH)₂ · nH₂O) 및 탄산마그네슘(Mg(CO₃))으로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상을 함유하는 Mg 함유 원료 입자와, B를 함유하는 B 함유 원료 입자와, Al을 함유하는 Al 함유 원료 입자를 함유하는 원료 분말을, 대기 또는 질소 분위기 중에서 700℃ 이상 1100℃ 이하의 온도에서 소성한다.

[0109] (II)

[0110] B 및 Al을 함유하는, 수산화마그네슘, 염기성 탄산마그네슘 및 탄산마그네슘으로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상을 함유하는 원료 입자를, 대기 또는 질소 분위기 중에서 700℃ 이상 1100℃ 이하의 온도에서 소성한다.

[0111] 이하에, 각 제조 방법에 대해 설명한다.

[0112] [제조 방법 (I)]

[0113] (I)의 제조 방법은, 수산화마그네슘, 염기성 탄산마그네슘 및 탄산마그네슘으로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상을 함유하는 Mg 함유 원료 입자와, B를 함유하는 B 함유 원료 입자와, Al을 함유하는 Al 함유 원료 입자를 함유하는 원료 분말을, 대기 또는 질소 분위기 중에서 700℃ 이상 1100℃ 이하의 온도에서 소성하여 MgO 입자를 제조하는 방법이다. 원료 분말 중에 소성에 의해 휘발하는 성분이 포함되어 있는 경우에는, 그 성분량을 고려하여, Al 함유량 및 B 함유량을 조정한다. 본 제조 방법은, 기본적으로 상술한 혼합 분말의 제조 방법과 마찬가지로, 상술한 혼합 분말의 제조 방법에서는, MgO 입자 중에 불순물로서 고용 또는 함유되지 않는, B, Al 이외의 산화물 등을 혼합하여 소성을 행하는 경우가 있다는 점에서, 본 제조 방법과 상술한 혼합 분말의 제조 방법은 다르다.

[0114] [제조 방법 (II)]

[0115] (II)의 제조 방법에서는, B 및 Al을 함유하는, 수산화마그네슘, 염기성 탄산마그네슘 및 탄산마그네슘으로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 또는 2종 이상을 함유하는 원료 입자가, 대기 또는 질소 분위기 중에서 700℃ 이상 1100℃ 이하의 온도에서 소성된다. 원료 분말 중에 소성에 의해 휘발되는 성분이 포함되어 있는 경우에는, 그 성분량을 고려하여, Al 함유량 및 B 함유량을 조정한다.

- [0116] 수산화마그네슘, 염기성 탄산마그네슘 및 탄산마그네슘 중 적어도 어느 것을 함유하는 원료 입자는 B 및 Al을 함유한다. Al 함유량은 0.0007질량% 이상 0.050질량% 이하이다. 원료 입자의 Al 함유량이 0.0007질량% 이상 0.050질량% 이하이면, 제조된 MgO 입자의 Al 함유량을 0.001질량% 이상 0.050질량% 이하로 할 수 있다. 원료 입자의 Al 함유량은 0.003질량% 이상, 0.004질량% 이상, 또는 0.005질량% 이상이어도 된다. 또한, 원료 입자의 Al 함유량은, 0.045질량% 이하, 0.040질량% 이하, 또는 0.030질량% 이하여도 된다.
- [0117] B 함유량은 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하인 것이 바람직하다. 원료 입자의 B 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하이면, 제조된 MgO 입자의 B 함유량을 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하로 할 수 있다. B 함유량은, 보다 바람직하게는, 0.008질량% 이상이며, 더욱 바람직하게는, 0.010질량% 이상이다. 또한, B 함유량은, 보다 바람직하게는 0.035질량% 이하이고, 더욱 바람직하게는 0.030질량% 이하이다.
- [0118] 원료 입자에 있어서의 B 함유량에 대한 3배위 붕소의 함유량은, 5% 이상 70% 이하인 것이 바람직하다. B 함유량에 대한 3배위 붕소의 함유량이 상기 범위에 있으면, 후술하는 소성 조건에서 소성한 후의 MgO 입자에 있어서의 3배위 붕소가 상기 (1)식을 충족한다.
- [0119] 원료 입자에서 수산화마그네슘, 염기성 탄산마그네슘 및 탄산마그네슘의 각 입경은, 예를 들어 전술한 MgO 입자의 평균 입경이 얻어지는 입경이어도 되고, 그것보다 큰 입경이어도 된다. 원료 입자의 입경이 MgO 입자의 평균 입경보다 큰 경우, 공지의 방법에 의해 소성하여 얻어진 MgO 입자를 분쇄하면 된다. 수산화마그네슘, 염기성 탄산마그네슘 및 탄산마그네슘의 각 입경은, 예를 들어 0.05 μm 이상, 또는 0.08 μm 이상이어도 된다. 또한, 수산화마그네슘, 염기성 탄산마그네슘 및 탄산마그네슘의 각 입경은, 예를 들어 12 μm 이하, 또는 10 μm 이하여도 된다.
- [0120] 원료 입자는, 대기 분위기 또는 질소 분위기에서, 700℃ 이상 1100℃ 이하의 온도에서 소성된다. 소성 분위기, 소성 온도 및 소성 시간에 대해서는, 상기한 원료 분말의 소성 조건과 마찬가지로 하기 때문에, 여기서의 상세한 설명은 생략한다.
- [0121] <방향성 전자 강판의 제조 방법>
- [0122] 본 발명의 일 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판의 제조 방법은, 상기한 MgO 입자 또는 혼합 분말을 어닐링 분리체로서 사용하여 제조된다. 본 실시 형태에 관한 방향성 전자 강판의 제조 방법은, 예를 들어 강 슬래브를, 열간 압연하여 열연판을 얻는 열간 압연 공정과, 상기 열연판에 어닐링을 행하는 열연판 어닐링 공정과, 상기 열연판 어닐링 공정 후의 상기 열연판에, 냉간 압연을 행하여 냉연판을 얻는, 냉간 압연 공정과, 상기 냉연판에 대해 탈탄 어닐링을 행하는 탈탄 어닐링 공정과, 탈탄 어닐링 공정 후의 상기 냉연판에, 상기 MgO 입자 또는 혼합 분말을 함유하는 어닐링 분리체를 도포하고, 건조시킨 후, 마무리 어닐링을 행하는, 마무리 어닐링 공정을 포함하는 제조 방법에 따르면, 방향성 전자 강판을 제조할 수 있다.
- [0123] 본 실시 형태에 있어서는, 마무리 어닐링 전에 도포하는 어닐링 분리체로서, 상술한 본 실시 형태에 관한 혼합 분말과 물을 혼합하여 슬러리상으로 한 어닐링 분리체를 사용한다. 혼합 분말에 Ti가 포함되어 있지 않은 경우에는, 또한 Ti를 혼합해도 된다. 이 어닐링 분리체를 사용함으로써, 피막의 외관이 우수하고, 피막 밀착성이 우수한 방향성 전자 강판을 제조할 수 있다.
- [0124] 상기 제조 방법에 있어서, 강 슬래브의 화학 조성이나, 각 공정의 조건에 대해, 사용하는 어닐링 분리제 이외는, 공지의 방향성 전자 강판의 제조 조건을 적용할 수 있다.
- [0125] 어닐링 분리체는, MgO 입자와 TiO₂ 입자를 혼합한 혼합 분말과 물을 혼합하여 슬러리상으로 하는 경우(수성 슬러리로 하는 경우), 혼합 분말의 질량을 100%로 했을 때의 TiO₂의 비율을, Ti 함유량 환산으로, 0.25 내지 5.0 질량%로 하여 혼합하는 것이 바람직하다.
- [0126] **실시예**
- [0127] 다음으로 본 발명의 실시예를 나타내지만, 실시예에서의 조건은, 본 발명의 실시 가능성 및 효과를 확인하기 위해 채용한 일 조건에이며, 본 발명은 이하의 실시예에서 사용한 조건에 한정되는 것은 아니다. 본 발명은, 본 발명의 요지를 일탈하지 않고, 본 발명의 목적을 달성하는 한, 다양한 조건을 채용할 수 있는 것이다.
- [0128] <실시예 1>
- [0129] 표 1에 나타내는 MgO 입자 또는 표 2에 나타내는 MgO 입자와 TiO₂ 입자의 혼합 분말을 사용하여 방향성 전자 강

판을 제조하였다. 구체적으로는, 1차 재결정 어닐링 후의 냉연 강판에 대해 표 1의 MgO 입자 또는 표 2에 나타내는 혼합 분말을 함유하는 어닐링 분리체의 수성 슬러리를 도포하였다. 수성 슬러리는, MgO 분말 또는 혼합 분말과, 물을 혼합하여 조제하였다. 수성 슬러리 중의 고형분(MgO 입자 또는 혼합 분말)의 함유량은 20질량%로 하였다. 수성 슬러리가 표면에 도포된 냉연 강판에 대해, 어느 시험 번호에 있어서도 300℃에서 30초 베이킹 처리를 실시하여, 수성 슬러리를 건조시켜, 고형분이 베이킹되었다. 베이킹 후, 마무리 어닐링 처리를 실시하였다. 마무리 어닐링 처리에서는, 어느 시험 번호에 있어서도, 1200℃에서 20시간 유지하였다. 이상의 제조 공정에 의해, 모재 강판과 포르스테라이트(Mg₂SiO₄) 등의 복합 산화물을 포함하는 유리 피막을 갖는 길이 방향 길이 300mm, 판 폭 방향 길이 60mm, 판 두께 0.23mm의 방향성 전자 강판을 제조하였다. 또한, 표 1에 나타내는 「BO₃율」은, B 중 3배위 붕소의 비율을 나타내고 있다.

[0130] MgO 입자 및 혼합 분말의 B 함유량, Al 함유량 및 Cl 함유량은, 유도 결합 플라즈마 질량 분석법(ICP-MS)을 사용하여 측정되었다. 상세하게는, MgO 입자 또는 혼합 분말을 염산과 질산의 혼산으로 녹인 용액을 사용하였다. 잔사가 남은 경우에는, 잔사를 회수하고, 알칼리 용액에 녹여 분석을 하였다. 또한, B 중 3배위 붕소가 차지하는 비율은, 이하의 방법으로 구하였다. NMR로 측정을 행하고, 얻어진 스펙트럼에 있어서, 27ppm 이하, 6ppm 이상의 범위에 있는 피크를 3배위 붕소, 6ppm 미만, -6ppm 이상의 범위에 있는 피크를 4배위 붕소로 하여, 3배위 붕소의 피크 적분 면적을, 3배위 붕소의 피크의 적분 면적과 4배위 붕소의 피크의 적분 면적의 합계 적분 면적으로 나눈 값을 B 중 3배위 붕소의 비율로 하였다. MgO 입자 및 혼합 분말의 BO₃ 함유량 [BO₃]은, ICP-MS에서 정량된 B 함유량에 B 중 3배위 붕소의 비율을 곱함으로써 구하였다.

[0131] 얻어진 방향성 전자 강판에 대해, 이하의 요령으로, 자기 특성(B8), 외관 및 피막 장력의 평가를 행하였다.

[0132] [자기 특성]

[0133] 다음의 방법에 의해, 각 방향성 전자 강판의 자기 특성을 평가하였다.

[0134] 구체적으로는, 압연 방향 길이 300mm×폭 60mm의 샘플에 대해 800A/m의 자장을 부여하여, 자속 밀도 B8을 구하였다. B8이 1.92T 이상인 경우를 자기 특성이 양호하다고 판단하였다.

[0135] [외관]

[0136] 각 방향성 전자 강판의 압연 방향 길이 중앙의 위치로부터 잘라낸 압연 방향 길이 50mm×폭 60mm의 샘플에 대해 색조를 평가하고, 그 후, 공지의 절연 피막을 형성하여, 피막 결함을 평가하였다. 각 방향성 전자 강판의 절연 피막 형성 전의 1차 피막의 색조가 균일하고, 또한 절연 피막 형성 후에 피막 결함(구멍 및 녹 발생)이 없는 경우에, 외관이 우수하다고 판단하였다. 구체적으로는, 이하와 같이 평가하였다.

[0137] A: 절연 피막 형성 전의 색조가 균일하고, 또한 절연 피막 형성 후의 피막 결함 최대 면적이 2mm² 미만임

[0138] B: 절연 피막 형성 전의 색조가 균일하고, 또한 절연 피막 형성 후의 피막 결함의 최대 면적이 2mm² 이상 4mm² 미만임

[0139] C: 절연 피막 형성 전의 색조가 균일하고, 또한 절연 피막 형성 후의 피막 결함의 최대 면적이 4mm² 이상 6mm² 미만임

[0140] D: 절연 피막 형성 전의 색조에 색 불균일이 있거나, 또는 절연 피막 형성 후의 피막 결함의 최대 면적이 6mm² 이상임

[0141] 평가가 A 또는 B를 합격이라고 판단하였다.

[0142] [피막 장력]

[0143] 압연 방향 길이 300mm×폭 60mm의 샘플에 대해, 한쪽 면만 1차 피막을 산세로 제거한 후, 강판의 만곡의 곡률 반경으로부터 피막 장력을 구하였다. 곡률 반경으로부터 피막 장력을 구하는 방법은, 공지의 수단에 따르면 되고, 예를 들어 독립 행정 법인 신에너지 산업 기술 종합 개발 기구 연구 평가 위원회 「변압기의 전력 손실 삭감을 위한 혁신적 자성 재료의 개발 사후 평가 보고서」(2006년 2월)에 개시되어 있는 수단을 사용하였다.

[0144] 피막 장력이 350g/mm² 이상이면, 피막 장력이 우수하다고 판단하였다. 표 1, 2에 결과를 나타낸다.

[표 1]

No.	MgO 입자						방향성 전자 강판			비고
	화학 성분(잔부는 Mg, O 및 불순물임.)					평균 입경 [μ m]	B8 [T]	외관	피막 강도 [ε /mm ²]	
	B 질량%	B ₂ O ₃ 률 질량%	Al 질량%	Cl 질량%	[Al]/[B ₂ O ₃]					
1	0.020	72	0.0300	0.0005	2.08	0.05	1.91	D	290	비교예
2	0.020	72	0.0300	0.0005	2.08	9.80	1.90	D	321	비교예
3	0.020	72	0.0300	0.0005	2.08	0.20	1.92	A	376	본 발명에
4	0.020	72	0.0300	0.0005	2.08	1.50	1.94	A	470	본 발명에
5	0.020	72	0.0300	0.0005	2.08	3.80	1.93	A	365	본 발명에
6	0.004	72	0.0100	0.0005	3.47	1.50	1.91	C	345	비교예
7	0.045	85	0.0050	0.0005	0.13	1.50	1.92	C	370	비교예
8	0.008	4	0.0007	0.0005	2.19	1.50	1.94	A	398	본 발명에
9	0.038	75	0.0110	0.0005	0.39	4.50	1.93	A	372	본 발명에
10	0.035	4	0.0090	0.0005	6.43	1.50	1.91	C	388	비교예
11	0.033	88	0.0010	0.0005	0.03	1.50	1.91	C	372	비교예
12	0.005	72	0.0170	0.0005	4.72	6.00	1.93	B	389	본 발명에
13	0.035	88	0.0020	0.0005	0.06	6.00	1.93	B	361	본 발명에
14	0.020	66	0.0170	0.0005	1.29	7.00	1.94	A	420	본 발명에
15	0.040	66	0.0480	0.0005	1.82	6.70	1.94	A	414	본 발명에
16	0.040	66	0.0520	0.0005	1.97	6.40	1.91	A	411	비교예

[표 1]

[표 1]

[0145]

[0146]

[표 2]

MgO 입자													TiO ₂ 입자			혼합 분말					방향성 전자 강판			비고
No.	과학 성분(잔부는 Mg, O 및 불순물임.)					과학 성분(잔부는 Mg, O 및 불순물임.)					B8 [T]	외관	피막 강도 [kg/mm ²]											
	배합물		배합물			배합물		배합물																
	B	B ₂ O ₃ 물	Al	Cl		B	Al	Ti	Cl	B ₂ O ₃ 물	[Al]/[B ₂ O ₃]													
질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%														
17	97.00	0.021	44	0.0180	0.0005	3.00	2.00	0.020	0.0170	1.78	0.0005	44	1.93	1.94	A	400	본 발명에							
18	96.00	0.021	8	0.0050	0.0005	4.00	2.00	0.020	0.0050	2.38	0.0005	8	3.13	1.94	A	411	본 발명에							
19	95.00	0.021	44	0.0180	0.0295	5.00	2.00	0.020	0.0170	2.97	0.0280	44	1.93	1.96	A	358	본 발명에							
20	94.00	0.021	44	0.0180	0.0160	6.00	2.00	0.020	0.0170	3.57	0.0150	44	1.93	1.95	A	372	본 발명에							
21	93.00	0.022	44	0.0180	0.0022	7.00	2.00	0.020	0.0170	4.16	0.0020	44	1.93	1.96	A	399	본 발명에							
22	92.00	0.022	44	0.0050	0.0163	8.00	2.00	0.020	0.0050	4.76	0.0150	44	0.57	1.93	A	488	본 발명에							
23	99.50	0.020	44	0.0050	0.0133	0.50	2.00	0.020	0.0050	0.30	0.0132	44	0.57	1.93	A	488	본 발명에							
24	99.50	0.039	95	0.0020	0.0168	0.50	2.00	0.039	0.0020	0.30	0.0167	95	0.05	1.91	C	322	비교예							
25	99.50	0.035	88	0.0020	0.0189	0.50	2.00	0.035	0.0020	0.30	0.0188	88	0.06	1.91	B	405	본 발명에							
26	99.50	0.020	15	0.0141	0.0223	0.50	2.00	0.020	0.0140	0.30	0.0222	15	4.67	1.93	B	411	본 발명에							
27	99.50	0.020	14	0.0161	0.0125	0.50	2.00	0.020	0.0160	0.30	0.0124	14	5.71	1.91	C	428	비교예							
28	99.50	0.022	60	0.0006	0.0168	0.50	2.00	0.022	0.0006	0.30	0.0167	60	0.08	1.91	C	355	비교예							
29	99.50	0.039	95	0.0533	0.0168	0.50	2.00	0.039	0.0530	0.30	0.0167	95	1.43	1.89	A	395	비교예							

No.1의 예에서는, 평균 입경이 지나치게 작았기 때문에, 피막 형성이 불균일해지고, 방향성 전자 강판의 B8, 외관 및 피막 장력이 모두 열위로 되었다.

No.2의 예에서는, 평균 입경이 지나치게 컸기 때문에, 피막 형성량이 과소해지고, 방향성 전자 강판의 B8, 외관 및 피막 장력이 모두 열위로 되었다.

No.6의 예에서는, B 함유량이 과소했기 때문에, B8, 외관 및 피막 장력이 열위로 되었다.

No.7의 예에서는, B 함유량이 과다했기 때문에, 방향성 전자 강판의 외관이 열위로 되었다.

No.10, 11, 24, 27의 예에서는, [Al]/[BO₃]값이 상기 (1)식의 범위 외이며, 방향성 전자 강판의 B8 및 외관이 열위로 되었다.

No.16, 29의 예에서는, Al이 0.050질량% 초과가 되고, 방향성 전자 강판의 B8이 열위로 되었다.

No.28의 예에서는, Al이 0.001질량% 미만이 되고, 방향성 전자 강판의 B8 및 외관이 열위로 되었다.

[0156] No.3 내지 5, 8, 9, 12 내지 15, 17 내지 23, 25, 26의 예에서는, 평균 입경이 $0.08\mu\text{m}$ 이상 $9.0\mu\text{m}$ 이하의 범위에 있고, Al 함유량이 0.0007질량% 이상 0.050질량% 이하이고, B 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하이고, $[\text{Al}]/[\text{B}_2\text{O}_3]$ 값이 상기 (1)식의 범위 내이며, 자기 특성, 외관 및 피막 장력이 우수한 방향성 전자 강판을 얻을 수 있었다. No.3 내지 5, 8, 9, 14, 15, 17 내지 23은 $[\text{Al}]/[\text{B}_2\text{O}_3]$ 값이 0.15 내지 4.00 이내였기 때문에, 외관 특성이 특히 우수하였다.

[0157] <실시예 2>

[0158] 표 3에 나타내는 배합물로, MgO 입자와, TiO_2 입자와, B 화합물 입자 또는 Al 화합물 입자 중 적어도 어느 것을 함유하는 혼합 분말을 사용하여, 방향성 전자 강판을 제조하였다. 구체적으로는, 1차 재결정 어닐링 후의 냉연 강판에 대해, 표 3의 혼합 분말을 함유하는 어닐링 분리체의 수성 슬러리를 도포하였다. 수성 슬러리는, 표 3의 혼합 분말과, 물을 혼합하여 조제하였다. 수성 슬러리 중의 고형분(혼합 분말)의 함유량은 20질량%로 하였다. 수성 슬러리가 표면에 도포된 냉연 강판에 대해, 어느 예에 있어서도 300°C 에서 30초 베이킹 처리를 실시하여, 수성 슬러리를 건조, 고형분이 베이킹되었다. 베이킹 후, 마무리 어닐링 처리를 실시하였다. 마무리 어닐링 처리에서는, 어느 예에 있어서도, 1200°C 에서 20시간 유지하였다. 이상의 제조 공정에 의해, 표 3에 나타내는, 모재 강판과 포르스테라이트(Mg_2SiO_4) 등의 복합 산화물을 포함하는 유리 피막을 갖는, 길이 방향 길이 300mm, 판 폭 방향 길이 60mm, 판 두께 0.23mm의 방향성 전자 강판을 제조하였다.

[표 3]

MeO 입자										TiO ₂ 입자		B 화합물 입자				Al 화합물 입자				혼합 분말																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																						
No.	화학 성분(전부는 Me, O 및 불순물임)										배합물	종류	배합물		평균 입경	화학 성분(전부는 Me, O 및 불순물임)																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																										
													B	BO ₃ 물		배합물		B	Al	Ti	Cl	BO ₃ 물	[Al]/[BO ₃]																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																			
																질량%	질량%							질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%	질량%

혼합 분말의 B 함유량, Al 함유량, Cl 함유량 및 BO₃ 함유량, 그리고 B 중 3배위 붕소가 차지하는 비율(BO₃물)은 실시예 1과 마찬가지로의 방법으로 측정되었다. 또한, 얻어진 방향성 전자 강판에 대해, 실시예 1과 마찬가지로의 요령으로, 자기 특성(B8), 외관 및 피막 장력의 평가를 행하였다. 결과를 표 4에 나타낸다.

[0162] [표 4]

No.	방향성 전자 강판			비고
	B8 [T]	외관	피막 장력 [g/mm ²]	
30	1.90	D	277	비교예
31	1.90	D	311	비교예
32	1.92	A	376	본 발명에
33	1.94	A	470	본 발명에
34	1.91	C	345	비교예
35	1.93	C	370	비교예
36	1.91	C	388	비교예
37	1.91	C	372	비교예
38	1.91	C	372	비교예
39	1.91	C	388	비교예
40	1.96	A	358	본 발명에

[0163]

[0164] No.30의 예에서는, 혼합 분말의 평균 입경이 지나치게 작았기 때문에, 피막 형성이 불균일해지고, 방향성 전자 강판의 B8, 외관 및 피막 장력이 모두 열위로 되었다.

[0165] No.31의 예에서는, 혼합 분말의 평균 입경이 지나치게 컸기 때문에, 피막 형성이 불균일해지고, 방향성 전자 강판의 B8, 외관 및 피막 장력이 모두 열위로 되었다.

[0166] No.34의 예에서는, 혼합 분말 중의 B 함유량이 과소했기 때문에, 방향성 전자 강판의 B8, 외관 및 피막 장력이 열위로 되었다.

[0167] No.35의 예에서는, 혼합 분말 중의 B 함유량이 과다해서, 방향성 전자 강판의 외관이 열위로 되었다.

[0168] No.36 내지 39의 예에서는, $[Al]/[BO_3]$ 값이 상기 (1)식의 범위 밖이며, 방향성 전자 강판의 B8 및 외관이 열위로 되었다.

[0169] No.32, 33, 40의 예에서는, 평균 입경이 $0.08\mu m$ 이상 $9.0\mu m$ 이하의 범위에 있고, 혼합 분말의 전체에 포함되는 Al 함유량이 0.0007질량% 이상 0.050질량% 이하이고, B 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하이고, $[Al]/[BO_3]$ 값이 상기 (1)식의 범위 내이며, 방향성 전자 강판의 자기 특성, 외관 및 피막 장력이 우수한 방향성 전자 강판을 얻을 수 있었다. 또한, No.32, 33, 40은 $[Al]/[BO_3]$ 값이 0.15 내지 4.00 이내였기 때문에, 외관 특성이 특히 우수하였다.

[0170] <실시예 3>

[0171] 표 5에 나타내는 원료 분말 및 TiO_2 입자를 혼합하여, 표 5에 나타내는 조건으로 소성하여 표 6에 나타내는 혼합 분말을 제조하였다. 제조된 혼합 분말을 사용하여, 실시예 1과 마찬가지로의 방법으로 방향성 전자 강판을 제조하였다. 또한, 이하에서는, TiO_2 입자를 혼합하지 않고 소성하여 얻어진 분말을 MgO 입자라 호칭하는 경우가 있다.

[0172] 원료 분말, MgO 입자 및 혼합 분말의, B 함유량, Al 함유량, Cl 함유량 및 BO_3 함유량, 그리고 B 중 3배위 붕소가 차지하는 비율(BO_3 율)은 실시예 1과 마찬가지로의 방법으로 측정되었다. 또한, 원료 분말의 질량에 대한 BO_3 함유량은, ICP-MS로 정량된 B 함유량에, B 중 3배위 붕소의 비율을 곱함으로써 구하였다. 제조된 각 방향성 전자 강판에 대해, 실시예 1과 마찬가지로의 요령으로, 자기 특성(B8), 외관 및 피막 장력의 평가를 행하였다. 결과를 표 6에 나타낸다.

[표 5]

원료 입자													소성 조건		
Mg 함유 원료 입자													T ₁₀₂ 입자		
No	원료종	입자경	화학 성분(전부는 Mg, O 및 불순물임.)				원료 분말의 질량에 대한 B ₂ O ₃ 함유량	배합률		분위기	온도	시간			
			B	Al	B ₂ O ₃ 률	[Al]/[B ₂ O ₃]		질량%	질량%						
41	MgCO ₃	2.8	0.003	0.0030	50	2.00	0.002	100	0	대기	800	10			
42	MgCO ₃	2.8	0.042	0.0420	50	2.00	0.021	100	0	대기	800	10			
43	MgCO ₃	2.8	0.008	0.0220	50	5.50	0.004	100	0	대기	800	10			
44	MgCO ₃	2.5	0.038	0.0004	50	0.02	0.019	100	0	대기	800	10			
45	MgCO ₃	2.5	0.020	0.0040	50	0.40	0.010	100	0	대기	800	10			
46	MgCO ₃	2.5	0.020	0.0040	50	0.40	0.010	95	5	대기	800	10			
47	MgCO ₃	2.5	0.006	0.0040	85	0.78	0.005	95	5	대기	800	10			
48	MgCO ₃	2.5	0.020	0.0010	50	0.10	0.010	95	5	대기	800	10			
49	MgCO ₃	2.2	0.020	0.0020	50	0.20	0.010	95	5	대기	800	10			
50	MgCO ₃	2.2	0.020	0.0010	50	0.10	0.010	95	5	대기	700	10			
51	MgCO ₃	2.2	0.020	0.0020	50	0.20	0.010	95	5	대기	1100	10			
52	MgCO ₃	2.2	0.020	0.0010	50	0.10	0.010	95	5	대기	680	10			
53	MgCO ₃	2.2	0.020	0.0020	50	0.20	0.010	95	5	대기	1120	10			
54	MgCO ₃	2.2	0.018	0.0040	66	0.34	0.012	95	5	질소 분위기	800	10			
55	nMgCO ₃ · Mg(OH) ₂ · nH ₂ O	2.4	0.006	0.0040	35	1.90	0.012	95	5	대기	800	10			
56	Mg(OH) ₂	2.5	0.025	0.0010	35	0.11	0.009	95	5	대기	800	10			
57	MgCO ₃ -nMgCO ₃ · Mg(OH) ₂ · nH ₂ O-Mg(OH) ₂	2.2	0.011	0.0020	15	1.21	0.005	95	5	대기	800	10			

[표 5]

[0173]

[0174]

[0175] [표 6]

No.	MgO입자 또는 혼합 분말							방향성 전자 강판			비고
	평균 입경	화학 성분(잔부는 Mg, O 및 불순물임.)						B8 [T]	외관	피막 장력 [g/mm ²]	
		B	Al	BO ₃ 를	[Al]/[BO ₃]	Cl	Ti				
		[μm]	질량%	질량%	질량%		질량%				
41	3.40	0.003	0.0030	50	2.00	0.0005	0.00	1.93	C	345	비교예
42	3.40	0.042	0.0420	50	2.00	0.0005	0.00	1.92	C	370	비교예
43	3.40	0.008	0.0220	50	5.50	0.0005	0.00	1.91	C	410	비교예
44	3.40	0.038	0.0004	50	0.02	0.0005	0.00	1.91	C	372	비교예
45	3.40	0.020	0.0040	50	0.40	0.0005	0.00	1.94	A	398	본 발명에
46	3.40	0.019	0.0038	50	0.40	0.0005	2.97	1.94	A	352	본 발명에
47	3.40	0.006	0.0038	50	1.33	0.0005	2.97	1.92	A	362	본 발명에
48	3.40	0.019	0.0010	50	0.10	0.0005	2.97	1.93	B	405	본 발명에
49	3.40	0.019	0.0019	50	0.20	0.0005	2.97	1.95	A	392	본 발명에
50	3.40	0.019	0.0010	66	0.08	0.0005	2.97	1.92	B	372	본 발명에
51	3.40	0.019	0.0019	20	0.50	0.0005	2.97	1.93	A	352	본 발명에
52	3.40	0.019	0.0010	주제의 MgO를 얻을 수 없었다							비교예
53	9.60	0.019	0.0019	50	0.20	0.0005	2.97	1.94	C	344	비교예
54	3.40	0.017	0.0038	66	0.34	0.0005	2.97	1.93	A	380	본 발명에
55	3.40	0.006	0.0040	35	1.90	0.0005	2.97	1.94	A	365	본 발명에
56	3.40	0.024	0.0010	35	0.11	0.0005	2.97	1.92	B	373	본 발명에
57	3.40	0.010	0.0019	15	1.21	0.0005	2.97	1.94	A	388	본 발명에

[0176]

[0177] No.41의 예는, 얻어진 MgO 입자 중의 B 함유량이 0.005질량% 미만인 되고, 당해 MgO 입자를 사용하여 제조된 방향성 전자 강판의 외관 및 피막 장력이 열위였다.

[0178] No.42의 예는, 얻어진 MgO 입자 중의 B 함유량이 0.040질량% 초과가 되고, 당해 MgO 입자를 사용하여 제조된 방향성 전자 강판의 외관이 열위였다.

[0179] No.43, 44의 예는, 얻어진 MgO 입자의 [Al]/[BO₃]값이 상기 (1)식의 범위 외가 되고, 방향성 전자 강판의 B8 및 외관이 열위로 되었다.

[0180] No.45 내지 51, 54 내지 57의 예에서는, MgO 입자 또는 혼합 분말의 전체에 포함되는, Al 함유량이 0.0007질량% 이상 0.050질량% 이하이고, B 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하이고, MgO 입자 또는 혼합 분말의 평균 입경이 0.08 μm 이상 9.0 μm 이하이고, MgO 입자 또는 혼합 분말의 [Al]/[BO₃]값이 상기 (1)식의 범위 내이며, 방향성 전자 강판의 자기 특성, 외관 및 피막 장력이 우수한 방향성 전자 강판을 얻을 수 없었다. 또한, No.45 내지 47, 49, 51, 54, 55, 57은 [Al]/[BO₃]값이 0.15 내지 4.00 이내였기 때문에, 외관 특성이 특히 우수했다.

[0181] No.52의 예에서는, 소성 온도가 지나치게 낮았기 때문에, 원료 분말의 소성이 불충분해져, 주제의 MgO를 얻을 수 없었다.

[0182] No.53의 예에서는, 소성 온도가 지나치게 높았기 때문에, 혼합 분말의 입경이 지나치게 커져, 방향성 전자 강판의 외관 및 피막 장력이 열위로 되었다.

[0183] <실시예 4>

[0184] 표 7에 나타내는 원료 분말을 표 7에 나타내는 조건으로 소성하여 표 8에 나타내는 혼합 분말을 제조하였다. 제조된 혼합 분말을 사용하여, 실시예 2와 마찬가지로의 방법으로 방향성 전자 강판을 제조하였다.

[0185] 원료 분말 및 혼합 분말의, B 함유량, Al 함유량, Cl 함유량 및 BO₃ 함유량, 그리고 B 중 3배위 붕소가 차지하는 비율(BO₃율)은 실시예 1과 마찬가지로의 방법으로 측정되었다. 또한, 원료 분말의 질량에 대한 BO₃ 함유량은, ICP-MS로 정량된 B 함유량에, B 중 3배위 붕소의 비율을 곱함으로써 구하였다. 또한, 제조된 각 방향성 전자 강판에 대해, 실시예 1과 마찬가지로의 요령으로, 자기 특성(B8), 외관 및 피막 장력의 평가를 행하였다. 결과를

표 8에 나타낸다.

[표 7]

원료 입자																	소정 조건	
No.	Mg 함유 원료 입자					B 함유 원료 입자				Al 함유 원료 입자				원료 분말의 질량에 대한 B03 함유량	분위기	온도	시간	
	원료종	원료 입자경 μm	B 질량%	Al 질량%	배합률 질량%	B 화합물	배합률 질량%	B 질량%	Al 화합물	배합률 질량%	Al 질량%	배합률 질량%	TiO ₂ 입자					
58	Mg(OH) ₂	2.5	0.0010	0.005	99.950	Na ₂ B ₄ O ₇	0.050	21.49					0.003	0.006	0.012	대기	900	10
59	Mg(OH) ₂	2.5	0.0010	0.005	94.930	Na ₂ B ₄ O ₇	0.050	21.49	Al ₂ O ₃	0.020	52.9	5.000	0.006	0.006	0.012	대기	900	10
60	Mg(OH) ₂	2.5	0.0080	0.005	94.990				Al ₂ O ₃	0.010	52.9	5.000	0.005	0.005	0.008	대기	900	10
61	Mg(OH) ₂	2.5	0.0008	0.001	99.820	Na ₂ B ₄ O ₇	0.180	21.49				0.000	0.000	0.026	0.039	대기	900	10
62	Mg(OH) ₂	2.5	0.0010	0.005	99.990				Al ₂ O ₃	0.010	52.9	0.000	0.001	0.001	0.001	대기	900	10
63	Mg(OH) ₂	2.5	0.0010	0.005	99.950	Na ₂ B ₄ O ₇	0.050	21.49				0.003	0.006	0.012	0.012	대기	700	10
64	Mg(OH) ₂	2.5	0.0010	0.005	99.950	Na ₂ B ₄ O ₇	0.005	21.49				0.000	0.006	0.012	0.012	대기	1100	10
65	Mg(OH) ₂	2.5	0.0010	0.005	99.950	Na ₂ B ₄ O ₇	0.050	21.49				0.000	0.006	0.012	0.012	대기	650	10
66	Mg(OH) ₂	2.5	0.0010	0.005	99.950	Na ₂ B ₄ O ₇	0.050	21.49				0.000	0.006	0.012	0.012	대기	1150	10
67	Mg(OH) ₂	2.5	0.0110	0.005	99.990			21.49	Al ₂ O ₃	0.010	52.9	0.000	0.005	0.005	0.011	질소 분위기	900	10
68	MgCO ₃	2.5	0.0080	0.004	99.980			21.49	Al ₂ O ₃	0.020	52.9	0.000	0.006	0.006	0.008	대기	900	10
69	mMgCO ₃ ·Mg(OH) ₂ ·nH ₂ O	2.5	0.0130	0.005	99.970			21.49	Al ₂ O ₃	0.030	52.9	0.000	0.006	0.006	0.013	대기	900	10
70	Mg(OH) ₂	2.5	0.0010	0.005	99.970	B ₂ O ₃	0.030	31.03				0.000	0.005	0.010	0.010	대기	900	10
71	Mg(OH) ₂	2.5	0.0010	0.005	99.996	B	0.004	100.00				0.000	0.008	0.005	0.005	대기	900	10
72	Mg(OH) ₂	2.5	0.0010	0.005	99.940	Na ₂ B ₄ O ₇	0.050	21.49	Al(OH) ₃	0.010	34.6	0.000	0.006	0.012	0.012	대기	900	10
73	Mg(OH) ₂	2.5	0.0010	0.005	99.942	Na ₂ B ₄ O ₇	0.050	21.49	Al(OH) ₃	0.008	45.0	0.000	0.006	0.012	0.012	대기	900	10
74	MgCO ₃ +mMgCO ₃ ·Mg(OH) ₂ ·nH ₂ O+Mg(OH) ₂	2.5	0.0140	0.004	99.950	Na ₂ B ₄ O ₇	0.050	21.49				0.000	0.012	0.025	0.025	대기	900	10

[0187]

[표 8]

혼합 분말											방향성 전자 강판			비고
No.	평균 입경 [μm]	화합 성분(잔부는 Mg, O 및 불순물임.)						B8 [Ti]	외관	피막 장력 [g/mm ²]				
		B 질량%	Al 질량%	BO ₃ 류 질량%	[Al]/[BO ₃]	Cl 질량%	Ti 질량%							
58	2.8	0.012	0.005	50	0.85	0.0005	0.00	1.94	A	398	본 발명에			
59	2.8	0.012	0.015	50	2.62	0.0005	2.97	1.93	A	405	본 발명에			
60	2.8	0.008	0.010	50	2.64	0.0005	2.97	1.95	A	392	본 발명에			
61	2.8	0.039	0.001	66	0.04	0.0005	0.00	1.91	C	355	비교예			
62	2.8	0.001	0.010	50	20.59	0.0005	0.00	1.91	C	366	비교예			
63	2.5	0.012	0.005	50	0.85	0.0005	0.00	1.92	A	372	본 발명에			
64	5.5	0.012	0.005	50	0.85	0.0005	0.00	1.93	A	355	본 발명에			
65	2.2	0.012	0.005	주제의 MgO를 얻을 수 없었다						비교예				
66	9.2	0.012	0.005	50	0.85	0.0005	0.00	1.92	C	342	비교예			
67	4.2	0.011	0.010	50	1.87	0.0005	0.00	1.94	A	392	본 발명에			
68	4.2	0.008	0.015	50	3.65	0.0005	0.00	1.93	A	388	본 발명에			
69	4.2	0.013	0.021	50	3.21	0.0005	0.00	1.94	A	372	본 발명에			
70	4.2	0.010	0.005	50	0.97	0.0005	0.00	1.94	A	362	본 발명에			
71	4.2	0.005	0.005	50	2.00	0.0005	0.00	1.94	A	365	본 발명에			
72	4.2	0.012	0.008	50	1.44	0.0005	0.00	1.94	A	370	본 발명에			
73	4.2	0.012	0.009	50	1.46	0.0005	0.00	1.93	A	399	본 발명에			
74	4.2	0.025	0.004	50	0.32	0.0005	0.00	1.92	A	382	본 발명에			

No.58 내지 60, 63, 64, 67 내지 74에 나타내는 바와 같이, B 및 Al을 함유하는 원료 분말을 사용하여 제조된 혼합 분말에서는, 혼합 분말의 전체에 포함되는 Al 함유량이 0.0007질량% 이상 0.050질량% 이하이고, B 함유량이 0.005질량% 이상 0.040질량% 이하이고, 상기 (1)식을 충족하는 MgO 입자를 얻을 수 있었다. 그 결과, 방향성 전자 강판의 자기 특성, 외관 및 피막 장력이 우수한 방향성 전자 강판을 얻을 수 있었다. 또한, No.58 내지 60, 63, 64, 67 내지 74는 $[\text{Al}]/[\text{BO}_3]$ 값이, 0.15 내지 4.00 이내였기 때문에, 외관 특성이 특히 우수하였다.

No.61, 62의 예에서는, 얻어진 혼합 분말의 $[\text{Al}]/[\text{BO}_3]$ 값이 상기 (1)식의 범위 외가 되고, 방향성 전자 강판의 B_8 및 외관이 열위로 되었다.

No.65의 예에서는, 소성 온도가 지나치게 낮기 때문에, 원료 분말의 소성이 불충분해져, 주제의 MgO를 얻을 수 있었다.

No.66의 예에서는, 소성 온도가 지나치게 높았기 때문에, 혼합 분말의 입경이 지나치게 커져, 방향성 전자 강판의 외관 및 피막 장력이 열위로 되었다.