

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

お、 (19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2013年6月6日 (06.06.2013)

W P O | P C T

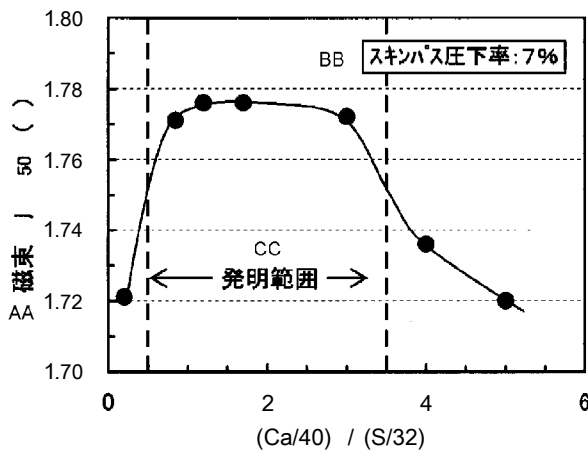
(10) 国際公開番号  
WO 2013/080891 A 1

- (51) 国際特許分類 :  
C21D 8/12 (2006.01) C22C 3 應 (2006.01)  
B21B 3/02 (2006.01) C22C 38/60 (2006.01)  
C22C 38/00 (2006.01) H01F 1/16 (2006.01)
- (21) 国際出願番号 : PCT/JP2012/080358
- (22) 国際出願日 : 2012年11月22日 (22.11.2012)
- (25) 国際出願の言語 : 日本語
- (26) 国際公開の言語 : 日本語
- (30) 優先権一タ :  
特願 2011-260163 2011年11月29日 (29.11.2011) JP
- (71) 出願人 : J F E 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 : 財前 善彰 (ZAIZEN, Yoshiaki) ; 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 尾田 善彦 (ODA, Yoshihiko) ; 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株

- 式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 戸田 広朗 (TODA, Hiroaki); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人 : 特許業務法人銀座マロニエ工特許事務所 (GINZA MARONIE P.C.); 〒1040061 東京都中央区銀座2丁目8番9号木挽館銀座ビル 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, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, ML, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, 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,

[続葉有]

- (54) Title: PROCESS FOR PRODUCING NON-ORIENTED ELECTRICAL STEEL SHEET
- (54) 発明の名称 無方向性電磁鋼板の製造方法



C : 0.0028mass%, Si : 3.3mass%, Mn : 0.50mass%,  
Al : 0.004mass%, N : 0.0022mass%, S : 0.0024mass%

- AA Magnetic flux density  $B_{50-L}$  (T)
- BB Skin-pass rolling reduction: 7%
- CC Invention range

(57) Abstract: According to this process, a non-oriented electrical steel sheet which exhibits excellent magnetic characteristics in the direction of cold rolling is obtained by: subjecting a steel slab which contains up to 0.005 mass% of C, 2 to 7 mass% of Si, 0.03 to 3 mass% of Mn, up to 0.01 mass% of Al, up to 0.005 mass% of N and up to 0.005 mass% of S, and further contains Ca in an amount of 0.0005 to 0.01 mass% and at a Ca/S atomic ratio,  $(Ca(mass\%)/40)/(S(mass\%)/32)$ , of 0.5 to 3.5 with the balance being Fe and unavoidable impurities to hot rolling, hot band annealing, and cold rolling successively; subjecting the obtained sheet to recrystallization annealing to adjust the grain diameters (d) to  $70\mu m$  or less; and then subjecting the resulting sheet to skin-pass rolling with a rolling reduction of 1 to 15% and then stress relief annealing.

(57) 要約 : C : 0.005 mass% 以下、S : 2 ~ 7 mass%、Mn : 0.03 ~ 3 mass%、Al : 0.01 mass% 以下、N : 0.005 mass% 以下、S : 0.005 mass% 以下を含有し、さらに、 $O_3$  を 0.00 ~ 0.01 mass% かつ S との原子比  $(mass\%)/40) / (S(mass\%)/32)$  が 0.5 ~ 3.5 の範囲で含有し、残部が Fe および不可避の不純物からなる鋼スラブを熱間圧延し、熱延板焼鈍し、冷間圧延した後、再結晶焼鈍を施して結晶粒径 d を  $70\mu m$  以下とした後、圧下率が 1 ~ 15% のスキンパス圧延し、歪取焼鈍を施すことで冷間圧延方向の磁気特性に優れる無方向性電磁鋼板を得る。

2013/080891 1

MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, 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, ML,  
MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類 :

- 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

## 明 細 書

発明の名称 : 無方向性電磁鋼板の製造方法

### 技術分野

[0001] 本発明は、無方向性電磁鋼板の製造方法に関し、具体的には、圧延方向に優れた磁気特性を有する無方向性電磁鋼板の製造方法に関するものである。

### 背景技術

[0002] 近年、電力を初めとする各種消費エネルギーの削減という世界的な動きの中で、電気機器の分野においても、その高効率化や小型化が強く望まれるようになってきている。無方向性電磁鋼板は、電気機器の鉄心材料として広く用いられている。そのため、電気機器の小型化・高効率化を達成するためには、無方向性電磁鋼板の高品質化、すなわち、高磁束密度化・低鉄損化が不可欠となってきている。

[0003] 無方向性電磁鋼板は、従来、添加する合金元素の種類や量を適正化したり、冷延前粒径をできる限り大きくしたり、冷延圧下率を最適化したりすることなどで高磁束密度化を図り、また、固有抵抗を高める元素を添加したり、板厚を低減したりすることなどで低鉄損化を図ってきている。

[0004] ところで、ハイブリッド自動車や電気自動車の駆動モータは、鉄心材料の歩留りを向上する観点から、従来の一体型コアに代わって、分割コアが採用されるようになってきている。この分割コアは、従来のように積層するコア材を、素材鋼板から一体としてリング状に打ち抜くのではなく、円周方向で分割したT字型のコアのテース部が、鋼板の圧延方向となるように打ち抜いた後、コアに組み立てることで、モータの特性向上を図る技術であり、磁束が集中するテース部が、電磁鋼板の圧延方向となるため、モータの高トルク化、高効率化を図ることが可能となる。

[0005] 上記分割コアに用いる材料としては、圧延方向の磁気特性が良好な方向性電磁鋼板が考えられるが、製造工程に二次再結晶プロセスを必要とするため、製造コストが高く、分割コアにはほとんど採用されておらず、専ら、安価

な無方向性電磁鋼板が用いられている。そのため、無方向性電磁鋼板における圧延方向の磁束密度を高めることができれば、分割コアの最適材料となり得ると考えられる。

[0006] 圧延方向の磁気特性を向上させる技術としては、例えば、特許文献1には、熱延板焼鈍後の結晶粒径と冷間圧延の圧下率を適正範囲に制御することによって、面内圧延方向と垂直方向に優れた磁気特性を得る方法が開示されている。しかし、この方法では、 $300\mu\text{m}$ 以上の冷延前結晶粒径を得ることが必要であるため、鋼中の不純物濃度を低減してやる必要があったり、熱延板焼鈍温度を高温にしてやる必要があったりするため、製造性やコスト面で問題がある。

[0007] また、特許文献2には、 $\text{Si} : 2.0\text{mass}\%$ 以下、 $\text{Mn} : 3.0\text{mass}\%$ 以下、 $\text{Al} : 1.0\sim 3.0\text{mass}\%$ を含有する鋼素材を、熱延し、熱延板焼鈍し、酸洗し、冷延し、仕上焼鈍し、スキンプラス圧延を施す製造工程において、結晶粒径 $50\mu\text{m}$ 以下を有する仕上焼鈍後の鋼板を圧下率が $3\sim 10\%$ でスキンプラス圧延することで、L方向の磁気特性に優れた無方向性電磁鋼板を製造する技術が開示されている。しかしながら、この特許文献2の技術は、 $\text{Al}$ を $1\text{mass}\%$ 以上添加する必要があるため、飽和磁束密度が低下したり、原料コストが増加したりするという問題がある。

## 先行技術文献

### 特許文献

[0008] 特許文献1 :特開2004\_332042号公報

特許文献2 :特開2006\_265720号公報

### 発明の概要

#### 発明が解決しようとする課題

[0009] 本発明は、従来技術が抱える上記問題点に鑑みてなされたものであり、その目的は、冷間圧延方向の磁気特性に優れた無方向性電磁鋼板を製造する有利な方法を提案することにある。

## 課題を解決するための手段

- [001 0] 発明者らは、上記課題を解決するべく鋭意検討を行った。その結果、Alを低減し、かつCaを添加した再結晶焼鈍後の冷延鋼板における結晶粒径を適正範囲に制御した上で、適正な圧下率のスキンパス圧延を施すことで、冷間圧延方向（L方向）の磁束密度を著しく向上させることができることを見出し、本発明を開発した。
- [001 1] 上記知見に基く本発明は、C：0.005mass%以下、Si：2～7mass%、Mn：0.03～3mass%、Al：0.01mass%以下、N：0.005mass%以下、S：0.005mass%以下を含有し、さらに、Caを0.0005～0.01mass%かつSとの原子比（ $Ca(\text{mass}\%) / 40) / (S(\text{mass}\%) / 32)$ ）が0.5～3.5の範囲で含有し、残部がFeおよび不可避的不純物からなる鋼スラブを熱間圧延し、熱延板焼鈍し、冷間圧延した後、再結晶焼鈍を施して結晶粒径dを70 $\mu\text{m}$ 以下とした後、圧下率が1～15%のスキンパス圧延し、歪取焼鈍を施す無方向性電磁鋼板の製造方法である。
- [001 2] 本発明の無方向性電磁鋼板の製造方法に用いる鋼スラブは、上記成分組成に加えてさらに、Sn：0.003～0.5mass%、Sb：0.003～0.5mass%、P：0.03～0.15mass%のうちから選ばれる1種または2種以上を含有することを特徴とする。

## 発明の効果

- [001 3] 本発明によれば、圧延方向に優れた磁気特性を有する無方向性電磁鋼板を安価に提供することができるので、本発明の無方向性電磁鋼板を、分割コア材料に用いることにより、ハイブリッド自動車や電気自動車の性能を向上することが可能となる。

## 図面の簡単な説明

- [0014] [図1] 圧延方向の磁束密度  $B_{50-L}$  に及ぼすAl含有量の影響を示すグラフである。
- [図2] 圧延方向の鉄損  $W_{15/50-L}$  に及ぼすAl含有量の影響を示すグラフであ

る。

[図3] 圧延方向の磁束密度  $B_{50-L}$  に及ぼす Ca と S の原子比  $(Ca/40) / (S/32)$  の影響を示すグラフである。

[図4] 圧延方向の鉄損  $W_{15/50-L}$  に及ぼす Ca と S の原子比  $(Ca/40) / (S/32)$  の影響を示すグラフである。

[図5] 圧延方向の磁束密度  $B_{50-L}$  に及ぼすスキンプス前平均粒径の影響を示すグラフである。

[図6] 圧延方向の鉄損  $W_{15/50-L}$  に及ぼすスキンプス前平均粒径の影響を示すグラフである。

[図7] 圧延方向の磁束密度  $B_{50-L}$  に及ぼすスキンプス圧下率の影響を示すグラフである。

[図8] 圧延方向の鉄損  $W_{15/50-L}$  に及ぼすスキンプス圧下率の影響を示すグラフである。

### 発明を実施するための形態

[001 5] 発明者らは、前述したように、無方向性電磁鋼板の冷間圧延方向（L方向）の磁気特性を向上するべく検討した結果、Alを低減し、かつCaを添加した再結晶焼鈍後の冷延鋼板における結晶粒径を適正範囲に制御した上で、適正な圧下率のスキンプス圧延を施すことで、冷間圧延方向（L方向）の磁束密度を大きく向上することができることを知見し、本発明を開発した。以下、上記知見に関する実験について説明する。

[001 6] < 実験 1 >

Al含有量が、鋼板の圧延方向の磁気特性に及ぼす影響を調査するため、  
C : 0.0025 mass%、Si : 3.0 mass%、Mn : 0.15 mass%、Al : 0.001~1.5 mass%、N : 0.0019 mass%、S : 0.0020 mass% および Ca : 0.0025 mass% を含有する鋼スラブを 1100℃で30分間加熱後、熱間圧延し、板厚 : 2.0 mm の熱延板とした後、1000℃で30秒の熱延板焼鈍を施し、1回の冷間圧延で板厚 : 0.368 mm の冷延板とし、その後、800℃で30秒

の再結晶焼鈍を施して、結晶粒径を $35\mu\text{m}$ とした。ここで、上記結晶粒径は、L断面を線分法にて測定した平均結晶粒径のことである（以下、同様）。その後、圧下率：5%のスキンプス圧延を施して板厚： $0.35\text{mm}$ とした後、 $820^\circ\text{C}$ で2時間保持した後、炉冷する歪取焼鈍を施した。

[001 7] 斯くして得られた冷延焼鈍板から、長さL： $180\text{mm}$ ズ幅O： $30\text{mm}$ のL方向（圧延方向）サンプルを切り出し、エプスタイン試験によって磁気特性（磁束密度 $B_{50-L}$ 、鉄損 $W_{15/50-L}$ ）を測定し、その結果を、図1および図2に示した。これらの図から、Alの含有量が $0.01\text{mass}\%$ 以下の領域でL方向の磁気特性が向上していることがわかる。Alを低減することで、スキンプス、歪取焼鈍後のL方向の磁気特性が改善される理由は、まだ十分に明らかとなっていないが、AlはAlNを形成して粒界移動を抑制するインヒビター元素であることから、Alを低減することで、粒界方位差によって粒界に易動度差が生じ、それによる歪取焼鈍後の粒成長性の差によってGoss方位への集積度が高まったためと考えられる。

[001 8] < 実験 2 >

次に、Ca含有量が、鋼板の圧延方向の磁気特性に及ぼす影響を調査するため、C： $0.0028\text{mass}\%$ 、Si： $3.3\text{mass}\%$ 、Mn： $0.50\text{mass}\%$ 、Al： $0.004\text{mass}\%$ 、N： $0.0022\text{mass}\%$ 、S： $0.0024\text{mass}\%$ およびCa： $0.0001\sim 0.015\text{mass}\%$ を含有する鋼スラブを $1100^\circ\text{C}$ で30分間加熱後、熱間圧延し、板厚： $1.8\text{mm}$ の熱延板とした後、 $1000^\circ\text{C}$ で30秒の熱延板焼鈍を施し、1回の冷間圧延で板厚： $0.269\text{mm}$ の冷延板とし、その後、 $820^\circ\text{C}$ で30秒の再結晶焼鈍を施して、結晶粒径を $40\mu\text{m}$ とした。その後、圧下率：7%のスキンプス圧延を施して板厚： $0.25\text{mm}$ とした後、 $750^\circ\text{C}$ で2時間保持した後、炉冷する歪取焼鈍を施した。

[001 9] 斯くして得られた冷延焼鈍板から、長さL： $180\text{mm}$ ズ幅O： $30\text{mm}$ のL方向（圧延方向）サンプルを切り出し、エプスタイン試験によって磁気特性（磁束密度 $B_{50-L}$ 、鉄損 $W_{15/50-L}$ ）を測定し、その結果を、図3およ

び図4に示した。これらの図から、CaとSの原子比を表す  $(Ca \text{ (mass \%)} / 40) / (S \text{ (mass \%)} / 32)$  が0.5~3.5の範囲において、L方向の磁気特性が向上していることがわかる。Caを上記範囲にすることで、スキンプス、歪取焼鈍後のL方向の磁気特性が改善される理由については、Caは鋼中でSを固定し、CaSとして析出することで、粗大に析出し、熱延板焼鈍時や歪取焼鈍時の粒成長性を改善するが、 $(Ca / 40) / (S / 32)$  が0.5未満では、上記効果が十分ではなく、一方、 $(Ca / 40) / (S / 32)$  が3.5を超えると、CaSの析出量が多くなり過ぎてヒステリシス損が増加し、却って鉄損が増加するためと考えられる。

[0020] < 実験3 >

次に、スキンプス前の結晶粒径が鋼板の圧延方向の磁気特性に及ぼす影響を調査するため、C : 0.0025 mass %、Si : 3.0 mass %、Mn : 0.15 mass %、Al : 0.001 mass %、N : 0.0019 mass %、S : 0.0015 mass % および Ca : 0.0020 mass % を含有する鋼スラブを1100℃で30分間加熱後、熱間圧延し、板厚 : 2.0 mm の熱延板とした後、1000℃で30秒の条件で熱延板焼鈍を施し、1回の冷間圧延で板厚 : 0.368 mm の冷延板とした。その後、750~1050℃の温度範囲で30秒の再結晶焼鈍を施して、結晶粒径を種々の大きさに変化させた後、圧下率 : 5% のスキンプス圧延を施して板厚 : 0.35 mm とした後、820℃で2時間保持した後、炉冷する歪取焼鈍を施した。

[0021] 斯くして得られた冷延焼鈍板から、長さL : 180 mm 幅O : 30 mm のL方向 (圧延方向) サンプルを切り出し、エプスタイン試験によって磁気特性 (磁束密度  $B_{50-L}$ 、鉄損  $W_{15/50-L}$ ) を測定し、その結果を、図5および図6に示した。これらの図から、再結晶焼鈍後 (スキンプス圧延前) の粒径を70  $\mu\text{m}$  以下とすることで、L方向の磁気特性が向上していることがわかる。これはスキンプス前の粒径が70  $\mu\text{m}$  を超えると、スキンプス、歪取焼鈍後に歪誘起粒成長が起こり難くなるため、集合組織がランダム化し、G



o s s 方位への集積度が低下するため、および、スキンプラスで導入された歪  
が歪取焼鈍後も残存してしまうためと考えられる。

[0022] < 実験 4 >

さらに、スキンプラスの圧下率が鋼板の圧延方向の磁気特性に及ぼす影響に  
ついて調査するため、C : 0.0026 mass %、Si : 3.3 mass %、Mn : 0.50 mass %、Al : 0.002 mass %、N : 0.0022 mass %、S : 0.0018 mass % および Ca : 0.0023 mass % を含有する鋼スラブを 1100℃ で 30 分間加熱後、熱間圧延し、  
板厚 : 1.8 mm の熱延板とした後、1000℃ で 30 秒の条件で熱延板焼鈍を施し、1 回の冷間圧延で板厚 : 0.251 ~ 0.313 mm の冷延板とした。その後、800℃ で 30 秒の再結晶焼鈍を施して、結晶粒径を 40 μm の大きさとした。その後、圧下率を 0.5 ~ 20% の範囲で変化させてスキンプラス圧延を施して板厚 : 0.25 mm とした後、750℃ で 2 時間保持した後、炉冷する歪取焼鈍を施した。

[0023] 斯くして得られた冷延焼鈍板から、長さ L : 180 mm 幅 O : 30 mm の L 方向 (圧延方向) サンプルを切り出し、エプスタイン試験によって磁気特性 (磁束密度  $B_{50-L}$ 、鉄損  $W_{15/50-L}$ ) を測定し、その結果を、図 7 および図 8 に示した。これらの図から、再結晶焼鈍後のスキンプラスの圧下率を 1 ~ 15% の範囲とすることで、L 方向の磁気特性が向上していることがわかる。これはスキンプラス圧下率が 1% 未満では、導入する歪エネルギーが不足するため、歪取焼鈍時に G o s s 方位への集積が認められなくなるため、一方、スキンプラス圧下率が 15% を超えると、逆に、導入される歪エネルギーが大きくなり過ぎて、歪取焼鈍時に G o s s 方位への優先成長が認められなくなるためと考えられる。

[0024] なお、上記のように、スキンプラス圧延、歪取焼鈍後に G o s s 方位へ集積度が高まる機構については、まだ明確にはなっていないが、内部歪の少ない G o s s 粒の方位選択的粒成長によるものであると考えられ、前述した、Al 低減の効果と相俟って、G o s s 方位への集積が促進されたものと思われ

る。

[0025] 次に、本発明の無方向性電磁鋼板の成分組成を限定する理由について説明する。

C : 0.005 mass % 以下

Cは、0.005 mass % を超えて含有すると、製品板が磁気時効を起こして鉄損特性が低下する。よって、Cは0.005 mass % 以下とする。好ましくは0.003 mass % 以下である。

[0026] Si : 2 ~ 7 mass %

Siは、鋼の電気抵抗を高め、鉄損を低減する元素であるので、2 mass % 以上含有させる必要がある。一方、Siが7 mass % を超えると、鋼が硬質化して加工性が低下し、また、飽和磁束密度も低下する。よって、Siは2 ~ 7 mass % の範囲とする。好ましくは、上限は6.5 mass % である。

[0027] Mn : 0.03 ~ 3 mass %

Mnは、熱間加工性を改善するために必要な元素であるが、0.03 mass % 未満では、上記効果が得られず、一方、3 mass % を超える添加は、原料コストの上昇を招く。よって、Mnは0.03 ~ 3 mass % の範囲とする。好ましくは、下限は0.05 mass %、上限は2 mass % である。

[0028] Al : 0.01 mass % 以下

Alは、0.01 mass % を超えると、方位差角による粒界の易動度差が生じ難くなるため、熱延板焼鈍後および歪取焼鈍後の集合組織がランダム化し、Goss方位が発達せず、優れた磁気特性を得ることができなくなる。よって、Alは0.01 mass % 以下とする。好ましくは0.005 mass % 以下である。

[0029] S : 0.005 mass % 以下、N : 0.005 mass % 以下

SおよびNは、本発明においては磁気特性を低下させる不純物元素であり、それぞれを0.005 mass % を超えて含有していると、上記弊害が大

きくなる。よって、S、Nはそれぞれ0.005 mass%以下とする。好ましくは、それぞれ0.003 mass%以下である。

[0030]  $Ca : 0.0005 \sim 0.01 \text{ mass\%}$  かつ  $(Ca (\text{mass\%}) / 40) / (S (\text{mass\%}) / 32) : 0.5 \sim 3.5$

Caは、鋼中のSを固定してCaSとして析出することで、粒成長性を改善し、磁気特性を向上する効果を有する元素である。Caの添加量が0.0005 mass%未満では、上記効果が十分ではなく、一方、0.01 mass%を超える添加は、CaSの過析出を招き、ヒステリシス損が増加するため好ましくない。よって、Caは0.0005～0.01 mass%の範囲とする。好ましくは、下限は0.001 mass%、上限は0.008 mass%である。

[0031] ただし、Caの上記効果を得るためには、上記組成範囲とすることに加えて、CaのSに対する原子比  $(Ca (\text{mass\%}) / 40) / (S (\text{mass\%}) / 32)$  が0.5～3.5の範囲となるよう制御する必要がある。CaのSに対する原子比が0.5未満では、上記効果が十分に得られず、一方、CaのSに対する原子比が3.5を超えると、CaSの析出量が多くなり過ぎてヒステリシス損が増加するため、却って鉄損が増加する。よって、Caは、Sに対する原子比で0.5～3.5の範囲で添加する必要がある。好ましくは、下限は0.7、上限は1.5である。

[0032] 本発明の電磁鋼板は、上記成分組成を満たすことに加えてさらに、Sn、SbおよびPのうちから選ばれる1種または2種を下記の範囲で含有することができる。

$Sn : 0.003 \sim 0.5 \text{ mass\%}$ 、 $Sb : 0.003 \sim 0.5 \text{ mass\%}$

SnおよびSbは、集合組織を改善して磁束密度を向上させるだけでなく、鋼板表層の酸化や窒化、および、それに伴う表層微細粒の生成を抑制することによって、磁気特性の低下を防止する等、種々の作用効果を有する元素である。かかる効果を発現させるためには、SnおよびSbのいずれか1種

以上を0.003 mass %以上添加することが好ましい。一方、添加量が0.5 mass %を超えると、結晶粒の粒成長性が阻害されて磁気特性の低下を招くおそれがある。よって、SnおよびSbを添加する場合には、それぞれ、下限は0.003 mass %、上限は0.5 mass %とすることが望ましい。

[0033] P : 0.03 ~ 0.15 mass %

Pは、集合組織を改善して磁束密度を向上させる効果を有する元素であり、0.03 mass %以上含有させることが好ましい。しかし、含有量が0.15 mass %を超えると、鋼板の硬さが上昇して脆化を起し、冷間圧延することが困難となる。よって、Pは、下限は0.03 mass %、上限は0.15 mass %とするのが望ましい。

[0034] 次に、本発明の無方向性電磁鋼板の製造方法について説明する。

本発明の無方向性電磁鋼板は、本発明に適合する上記成分組成を有する鋼を転炉や電気炉、真空脱ガス装置などを用いた通常公知の精錬プロセスで溶製し、連続鋳造あるいは造塊—分塊圧延法で鋼スラブとし、この鋼スラブを通常公知の方法で熱間圧延し、必要に応じて熱延板焼鈍を施した後、冷間圧延し、再結晶焼鈍し、スキンプラス圧延し、歪取焼鈍を施すことで製造することができる。上記製造工程のうち、冷間圧延までは、常法に準じて行えばよく、特に制限はなく、例えば、冷間圧延は、1回または中間焼鈍を挟む2回以上行ってもよく、圧下率の通常の無方向性電磁鋼板と同様に設定することができる。

ただし、再結晶焼鈍以降については、下記の条件で行うのが望ましい。

[0035] 再結晶焼鈍

冷間圧延後の再結晶焼鈍は、焼鈍後の結晶粒径を70 μm以下に制御する必要があり、好ましくは60 μm以下に制御するのが好ましい。また、その実現のためには、焼鈍温度は、700 ~ 900 °Cの範囲とするのが好ましい。より好ましくは、下限は750 °C、上限は850 °Cである。

[0036] スキンプラス

再結晶焼鈍後に行うスキンプスの圧下率は、1～15%の範囲に設定する必要がある。前述したように、スキンプス圧下率が1%未満では、導入する歪エネルギーが不足するため、歪取焼鈍時にGoss方位への集積が認められなくなる。一方、スキンプス圧下率が15%を超えると、逆に導入される歪エネルギーが大きくなり過ぎて、歪取焼鈍時にGoss方位への優先成長が認められなくなるからである。好ましくは、下限は2%、上限は10%である。

#### [0037] 歪取焼鈍

歪取焼鈍は、一般には、700～900℃の温度で2時間程度均熱する条件で行われているが、本発明では、粒成長を促進するため、焼鈍温度はできるだけ高温とするのが好ましい。しかし、焼鈍温度が900℃を超えると、製造コストの上昇を招く。よって、歪取焼鈍の焼鈍温度は700～900℃の範囲が好ましく、より好ましくは、下限は750℃、上限は850℃である。

#### 実施例

[0038] 表1に示した成分組成の鋼スラブを溶製し、1080℃で30分間加熱後、熱間圧延して板厚：2.0mmの熱延板とした後、1000℃で30秒の熱延板焼鈍し、1回の冷間圧延で最終板厚：0.20～0.35mmの冷延板とした後、表2に示した焼鈍温度で10秒間の再結晶焼鈍を施した。この際、再結晶焼鈍後の鋼板からサンプルを採取し、L断面の平均結晶粒径を線分法で測定した。その後、表2に示した圧下率でスキンプス圧延して、表2に記載の最終板厚とした後、780℃で2時間保持後、炉冷する歪取焼鈍を施し、製品板とした。

[0039]

[表 1]

No.	化 学 成 分 (m a s s %)										備 考
	C	Si	Mn	Al	s	N	Ca	P	Sn	Sb	
1	0.0030	3.0	0.50	0.001	0.0015	0.0021	0.0025	-	-	-	発明例
2	0.0030	3.0	0.50	0.001	0.0015	0.0021	0.0025	0.040	-	-	発明例
3	0.0030	3.0	0.50	0.001	0.0015	0.0021	0.0025	0.10	-	-	発明例
4	0.0030	3.0	0.50	0.001	0.0015	0.0021	0.0025	0.25	-	-	比較例
5	0.0025	3.0	0.50	0.001	0.0019	0.0021	0.0035	0.015	-	-	発明例
6	0.0025	3.0	0.50	0.001	0.0021	0.0021	0.0040	0.050	0.005	-	発明例
7	0.0025	3.0	0.50	0.001	0.0015	0.0021	0.0015	-	-	-	比較例
8	0.0025	3.0	0.50	0.001	0.0015	0.0021	0.0013	0.040	-	-	比較例
9	0.0035	3.0	0.50	0.001	0.0015	0.0021	0.0020	0.015	-	-	比較例
10	0.0025	3.0	0.50	0.001	0.0015	0.0021	0.0020	0.030	-	-	比棚
11	0.0025	2.0	0.50	0.005	0.0024	0.0021	0.0060	-	-	-	発明例
12	0.0025	4.0	0.30	0.001	0.0019	0.0016	0.0018	0.080	-	-	発明例
13	0.0025	5.5	0.15	0.003	0.0029	0.0035	0.010	0.015	-	-	発明例
14	0.0030	6.5	0.15	0.001	0.0022	0.0025	0.0035	-	0.050	-	発明例
15	0.0030	& 0	0.15	0.001	0.0017	0.0023	0.0026	-	-	-	比麵
16	0.0030	1.0	0.15	0.001	0.0017	0.0023	0.0024	-	0.005	-	比較例
17	0.0030	3.5	0.50	0.008	0.0015	0.0021	0.0036	0.060	0.010	-	発明例
18	0.0030	3.3	0.50	0.050	0.0015	0.0021	0.0021	0.015	-	-	比較例
19	0.0030	3.0	0.50	0.50	0.0015	0.0021	0.0023	0.015	-	-	比翻
20	0.0035	3.2	1.0	0.001	0.0038	0.0039	0.0070	-	0.015	-	発明例
21	0.0035	2.5	2.5	0.001	0.0022	0.0016	0.0020	-	-	-	発明例
22	0.0025	3.0	4.0	0.001	0.0021	0.0019	0.0025	0.020	-	-	比糊
23	0.0030	3.0	0.15	0.002	0.0090	0.0015	0.010	0.020	-	-	比糊
24	0.0025	3.0	0.15	0.002	0.0019	0.0080	0.0030	0.020	-	-	比棚
25	0.0040	3.0	0.50	0.001	0.0015	0.0021	0.0022	0.050	0.10	-	発明例
26	0.0032	3.0	0.50	0.001	0.0018	0.0021	0.0069	-	-	0.10	発明例
27	0.0025	3.0	0.50	0.005	0.0015	0.0021	0.0029	-	0.30	-	発明例
28	0.0025	3.0	0.50	0.001	0.0015	0.0021	0.0028	0.080	-	0.30	発明例
29	0.0030	3.0	0.50	0.003	0.0015	0.0021	0.0020	-	0.010	0.01	発明例
30	0.0025	3.0	0.50	0.001	0.0015	0.0021	0.0020	0.040	0.80	-	比較例
31	0.0025	3.0	0.50	0.002	0.0015	0.0021	0.0020	-	-	0.70	比糊
32	0.0020	3.0	0.05	0.001	0.0018	0.0022	0.0019	-	0.005	-	発明例
33	0.0020	3.0	0.05	0.001	0.0018	0.0022	0.0030	0.050	0.050	-	発明例
34	0.0020	3.0	0.05	0.001	0.0025	0.0022	0.0060	0.120	-	-	発明例
35	0.0025	3.0	0.05	0.001	0.0018	0.0022	0.010	0.015	-	-	比糊
36	0.0025	3.0	0.05	0.001	0.0036	0.0022	0.0011	0.030	-	-	比較例
37	0.0030	3.3	0.01	0.001	0.0015	0.0019	0.0020	-	0.010	-	発明例
38	0.0035	3.3	0.05	0.001	0.0015	0.0019	0.0020	0.050	0.030	0.005	発明例
39	0.0025	3.3	0.01	0.001	0.0015	0.0019	0.0020	-	-	0.050	発明例
40	0.0025	3.3	0.05	0.001	0.0018	0.0022	0.0011	-	-	-	発明例
41	0.0025	3.3	0.05	0.001	0.0018	0.0022	0.0011	-	-	-	発明例
42	0.0025	3.3	0.05	0.001	0.0018	0.0022	0.0011	-	-	-	比較例
43	0.0025	3.3	0.05	0.001	0.0018	0.0022	0.0011	-	-	-	比較例

[0040] 斯くして得られた製品板から、長さL : 180 mm 幅O : 30 mm のL方向 (圧延方向) サンプルを切り出し、エプスタイン試験によって磁気特性 (磁束密度  $B_{50-L}$ 、鉄損  $W_{15/50-L}$ ) を測定し、その結果を、平均結晶粒径と共に、表2に併記した。

表2から、本発明の製造方法で製造した無方向性電磁鋼板は、圧延方向の磁気特性が優れていることがわかる。

[0041]

[表2]

No.	(Ca/40) / (S/40)	製造条件			板厚 (mm)	鋼板磁気特性		備考
		仕上焼鈍 温度 (°C)	スパン前 粒径 ( $\mu\text{m}$ )	スパン 圧下率 (%)		磁束密度 $B_{50-L}$ (T)	鉄損 $W_{15/50-L}$ (W/kg)	
1	1.3	780	25	3	0.35	1.78	1.75	発明例
2	1.3	780	25	5	0.35	1.79	1.73	発明例
3	1.3	780	25	7	0.35	1.80	1.70	発明例
4	1.3	(圧延時に破断)				—	—	比較例
5	1.5	800	35	7	0.30	1.78	1.78	発明例
6	1.5	830	50	12	0.25	1.78	1.65	発明例
7	0.8	800	35	0.5	0.35	1.72	2.22	比較例
8	0.7	820	45	20	0.35	1.71	2.45	比較例
9	1.1	1000	120	10	0.35	1.72	2.41	比較例
10	1.1	1030	150	10	0.35	1.72	2.51	比較例
11	2.0	800	35	3	0.35	1.81	1.88	発明例
12	0.8	820	45	5	0.35	1.78	1.69	発明例
13	2.8	830	50	5	0.35	1.76	1.60	発明例
14	1.3	800	35	7	0.35	1.75	1.53	発明例
15	1.2	(脆化のため圧延不可)				—	—	比較例
16	1.1	800	35	5	0.35	1.83	2.10	比較例
17	1.9	810	40	8	0.35	1.79	1.72	発明例
18	1.1	780	25	3	0.35	1.74	2.10	比較例
19	1.2	830	50	10	0.35	1.73	2.20	比較例
20	1.5	830	50	5	0.25	1.76	1.80	発明例
21	0.7	830	50	5	0.25	1.75	1.75	発明例
22	1.0	830	50	5	0.35	1.72	2.05	比較例
23	0.9	800	35	8	0.35	1.65	2.41	比較例
24	1.3	800	35	12	0.35	1.65	2.38	比較例
25	1.2	820	45	3	0.35	1.80	1.70	発明例
26	3.1	820	45	5	0.35	1.79	1.71	発明例
27	1.5	820	45	7	0.35	1.79	1.70	発明例
28	1.5	850	55	10	0.35	1.80	1.72	発明例
29	1.1	830	50	5	0.35	1.79	1.72	発明例
30	1.1	850	55	6	0.35	1.72	2.10	比較例
31	1.1	850	55	6	0.35	1.72	2.11	比較例
32	0.8	810	40	5	0.35	1.79	1.70	発明例
33	1.3	800	35	5	0.35	1.80	1.70	発明例
34	1.9	800	35	5	0.35	1.79	1.73	発明例
35	4.4	800	35	5	0.35	1.73	2.20	比較例
36	0.2	800	35	5	0.35	1.72	2.15	比較例
37	1.1	850	55	7	0.30	1.78	1.75	発明例
38	1.1	850	55	7	0.25	1.78	1.68	発明例
39	1.1	850	55	7	0.20	1.78	1.60	発明例
40	0.5	800	35	5	0.35	1.78	1.75	発明例
41	3.5	800	35	5	0.35	1.78	1.80	発明例
42	0.4	800	35	5	0.35	1.73	2.10	比較例
43	4.0	800	35	5	0.35	1.73	2.15	比較例

産業上の利用可能性

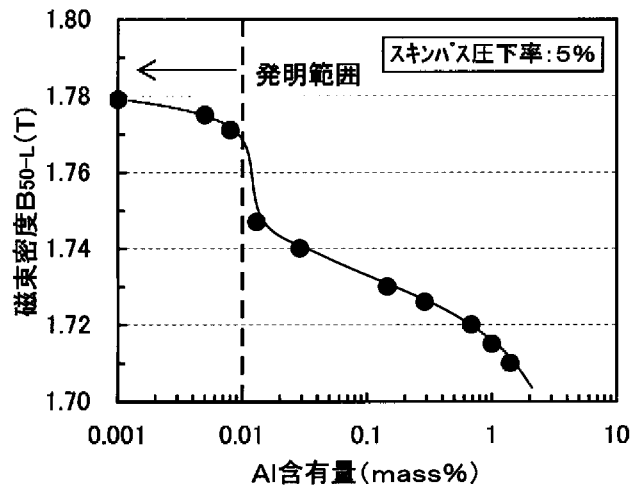


[0042] 本発明の無方向性電磁鋼板の用途は、ハイブリッド自動車や電気自動車の駆動モータの分割コアに限定されるものではなく、圧延方向の磁気特性に優れることが要求される他の用途、例えば、トランス用コア材等としても好適に用いることができる。

## 請求の範囲

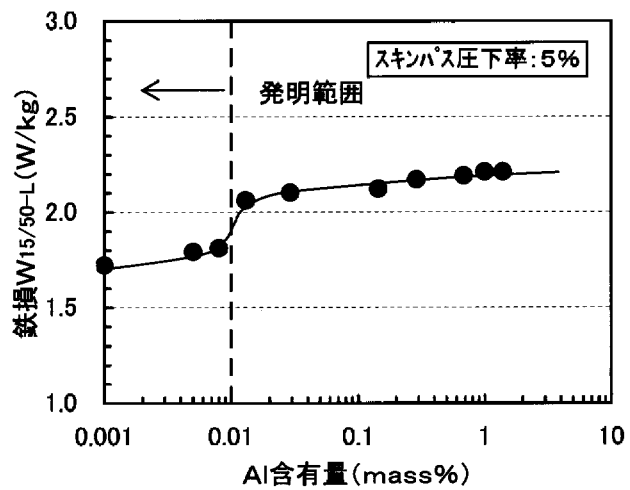
- [請求項1] C : 0 . 0 0 5 m a s s % 以下、S i : 2 ~ 7 m a s s %、M n : 0 . 0 3 ~ 3 m a s s %、A l : 0 . 0 1 m a s s % 以下、N : 0 . 0 0 5 m a s s % 以下、S : 0 . 0 0 5 m a s s % 以下を含有し、さらに、C a を 0 . 0 0 0 5 ~ 0 . 0 1 m a s s % かつ S との原子比  $(C a (m a s s \% ) / 4 0 ) / (S (m a s s \% ) / 3 2 )$  が 0 . 5 ~ 3 . 5 の範囲で含有し、残部が F e および不可避的不純物からなる鋼スラブを熱間圧延し、熱延板焼鈍し、冷間圧延した後、再結晶焼鈍を施して結晶粒径  $d$  を  $70 \mu m$  以下とした後、圧下率が 1 ~ 15 % のスキンプラス圧延し、歪取焼鈍を施す無方向性電磁鋼板の製造方法。
- [請求項2] 上記成分組成に加えてさらに、S n : 0 . 0 0 3 ~ 0 . 5 m a s s %、S b : 0 . 0 0 3 ~ 0 . 5 m a s s %、P : 0 . 0 3 ~ 0 . 1 5 m a s s % のうちから選ばれる 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の製造方法。

[図1]



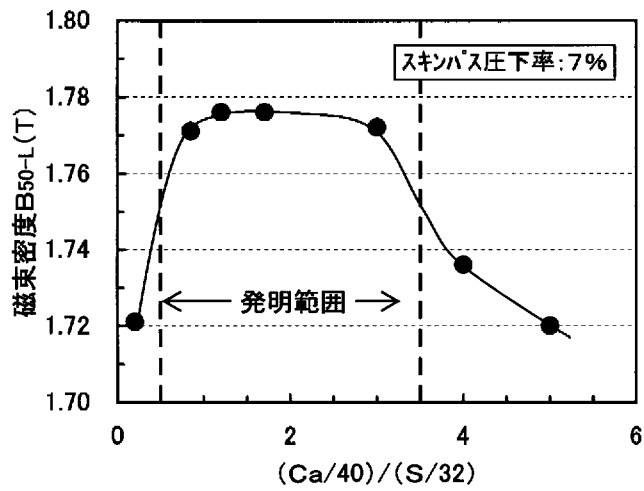
C: 0.0025mass%、Si: 3.0mass%、Mn: 0.15mass%、  
N: 0.0019mass%、S: 0.0020mass%、Ca: 0.0025mass%

[図2]



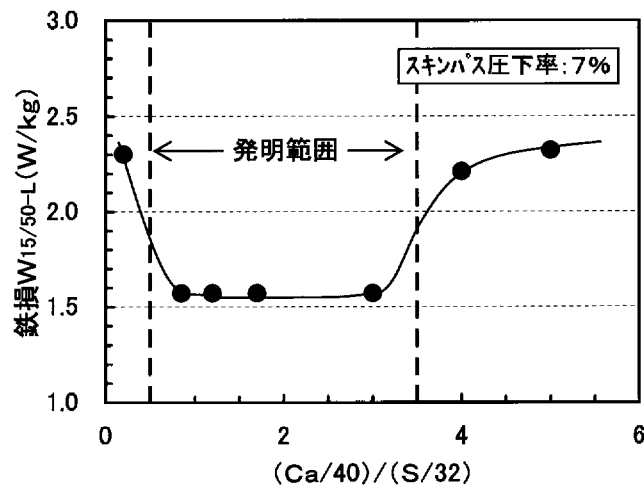
C: 0.0025mass%、Si: 3.0mass%、Mn: 0.15mass%、  
N: 0.0019mass%、S: 0.0020mass%、Ca: 0.0025mass%

[図3]



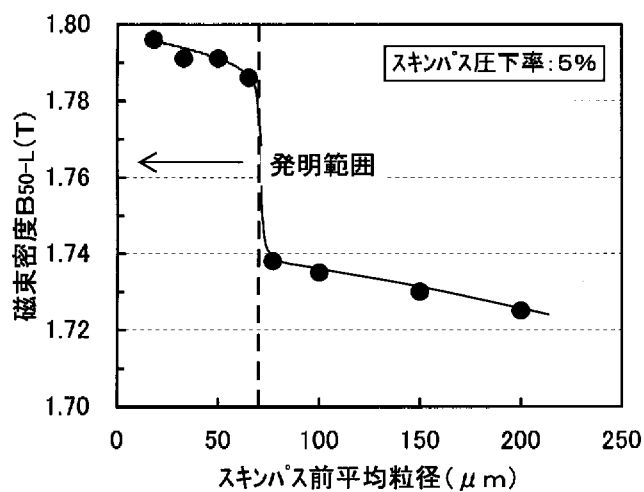
C: 0.0028mass%, Si: 3.3mass%, Mn: 0.50mass%,  
Al: 0.004mass%, N: 0.0022mass%, S: 0.0024mass%

[図4]



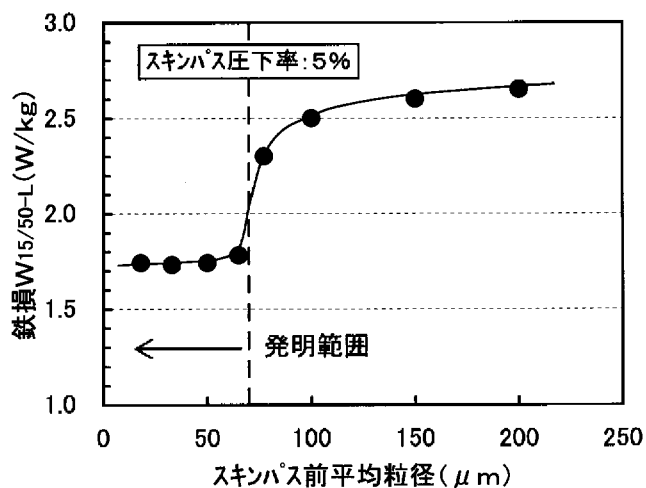
C: 0.0028mass%, Si: 3.3mass%, Mn: 0.50mass%,  
Al: 0.004mass%, N: 0.0022mass%, S: 0.0024mass%

[図5]



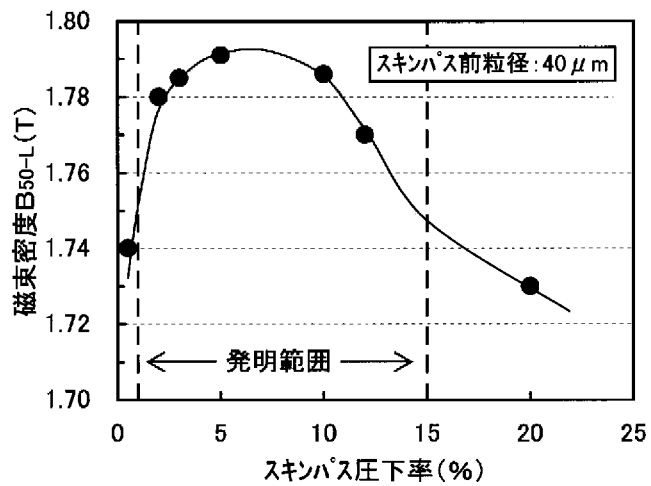
C: 0.0025mass%、Si: 3.0mass%、Mn: 0.15mass%、  
Al: 0.001mass%、N: 0.0019mass%、S: 0.0015mass%、  
Ca: 0.0020mass%

[図6]



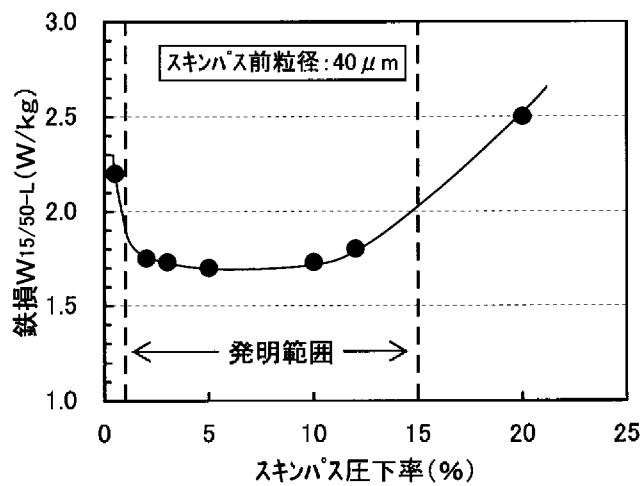
C: 0.0025mass%、Si: 3.0mass%、Mn: 0.15mass%、  
Al: 0.001mass%、N: 0.0019mass%、S: 0.0015mass%、  
Ca: 0.0020mass%

[図7]



C: 0.0026mass%、Si: 3.3mass%、Mn: 0.50mass%、  
Al: 0.002mass%、N: 0.0022mass%、S: 0.0018mass%、  
Ca: 0.0023mass%

[図8]



C: 0.0026mass%、Si: 3.3mass%、Mn: 0.50mass%、  
Al: 0.002mass%、N: 0.0022mass%、S: 0.0018mass%、  
Ca: 0.0023mass%

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT / JP2 012 / 080358

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C21 D8/1 2 (2006.01)i, B21B3/02 (2006.01)i, C22C38/00 (2006.01)i, C22C38/06 (2006.01)i, C22C38/60 (2006.01)i, H01F1/16 (2006.01)i

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)

C21D8/12, B21B3/02, C22C38/00, C22C38/06, C22C38/60, H01F1/16

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

Jitsuyo	Shinan	Koho	1922-1	996	Jitsuyo	Shinan	Toroku	Koho	1996-2013
Kokai	Jitsuyo	Shinan	Koho	1971-2013	Toroku	Jitsuyo	Shinan	Koho	1994-2013

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.
A	JP 2001-158949 A (NKK Corp.), 12 June 2001 (12.06.2001), claim 1; paragraphs [0019] to [0024] (Family: none)	1-2
A	JP 3-126845 A (Nippon Steel Corp.), 30 May 1991 (30.05.1991), claims (Family: none)	1-2
A	JP 2008-50686 A (Nippon Steel Corp.), 06 March 2008 (06.03.2008), claims 1 to 8; paragraph [0034] (Family: none)	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

"I" 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

15 February, 2013 (15.02.13)

Date of mailing of the international search report

26 February, 2013 (26.02.13)

Name and mailing address of the ISA/

Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT / JP2 012 / 080358

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P, A	JP 2012-140676 A (JFE Steel Corp.), 26 July 2012 (26.07.2012), claims 1 to 5; paragraphs [0043] to [0048] (Family : none)	1-2



A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))  
 Int.Cl. C21D8/12 (2006. 01) i , B21B3/02 (2006. 01) i , C22C38/00 (2006. 01) i , C22C38/06 (2006. 01) i , C22C38/60 (2006. 01) i , H01F1/16 (2006. 01) i

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))  
 Int.Cl. C21D8/12, B21B3/02, C22C38/00, C22C38/06, C22C38/60, H01F1/16

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-  
 日本国公開実用新案公報 1971-2  
 日本国実用新案登録公報 1996-  
 日本国登録実用新案公報 1994-2

国際調査で利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)  
 年

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
A	JP 2001-158949 A (日本鋼管株式会社) 2001. 06. 12, 【請求項 1】 , 【D019】 - 【D024】 (ファミリーなし)	1 - 2
A	JP 3-126845 A (新日本製鐵株式会社) 1991. 05. 30, 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1 - 2
A	JP 2008-50686 A (新日本製鐵株式会社) 2008. 03. 06, 【請求項 1】 - 【請求項 8】 , 【D034】 (ファミリーなし)	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。

<p>* 引用文献のカテゴリー</p> <p>IA」特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの</p> <p>IE」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</p> <p>I」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)</p> <p>Iθ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献</p> <p>IP」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願</p>	<p>の日の後に公表された文献</p> <p>「」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矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの</p> <p>⋈」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</p> <p>IY」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</p> <p>I&amp;」同一パテントファミリー文献</p>
---	---

国際調査を完了した日 15. 02. 2013	国際調査報告の発送日 26. 02. 2013
----------------------------	----------------------------

国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA / JP) 郵便番号 100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 伊藤 真明 電話番号 03-3581-1101 内線 3435	4K	3640
---	--	----	------

C (続き) . 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
P, A	JP 2012-140676 A (JFE スチール株式会社) 2012. 07. 26, 【請求項 1】 - 【請求項 5】 , 【043】 - 【048】 (ファミリーなし)	1 - 2