

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5988027号  
(P5988027)

(45) 発行日 平成28年9月7日(2016.9.7)

(24) 登録日 平成28年8月19日(2016.8.19)

(51) Int.Cl.		F I			
<b>C 2 1 D</b>	<b>8/12</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>C 2 1 D</b>	<b>8/12</b>	<b>B</b>
<b>C 2 2 C</b>	<b>38/00</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>C 2 2 C</b>	<b>38/00</b>	<b>3 0 3 U</b>
<b>C 2 2 C</b>	<b>38/60</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>C 2 2 C</b>	<b>38/60</b>	
<b>H 0 1 F</b>	<b>1/16</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>H 0 1 F</b>	<b>1/16</b>	<b>B</b>

請求項の数 5 (全 20 頁)

(21) 出願番号	特願2012-166798 (P2012-166798)	(73) 特許権者	000001258
(22) 出願日	平成24年7月27日 (2012.7.27)		J F E スチール株式会社
(65) 公開番号	特開2013-47383 (P2013-47383A)		東京都千代田区内幸町二丁目2番3号
(43) 公開日	平成25年3月7日 (2013.3.7)	(74) 代理人	110001542
審査請求日	平成27年2月23日 (2015.2.23)		特許業務法人銀座マロニエ特許事務所
(31) 優先権主張番号	特願2011-165127 (P2011-165127)	(74) 代理人	100080687
(32) 優先日	平成23年7月28日 (2011.7.28)		弁理士 小川 順三
(33) 優先権主張国	日本国(JP)	(74) 代理人	100077126
			弁理士 中村 盛夫
		(74) 代理人	100107227
			弁理士 藤谷 史朗
		(72) 発明者	上坂 正憲
			東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J
			F E スチール株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 極薄方向性電磁鋼板の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

C : 0 . 0 4 ~ 0 . 1 2 m a s s %、  
 S i : 1 . 5 ~ 5 . 0 m a s s %、  
 M n : 0 . 0 1 ~ 1 . 0 m a s s %、  
 N i : 0 . 1 0 ~ 1 . 0 m a s s %、  
 s o l . A l : 0 . 0 1 0 ~ 0 . 0 4 0 m a s s %、  
 N : 0 . 0 0 4 ~ 0 . 0 2 m a s s %、  
 C u : 0 . 0 2 ~ 1 . 0 m a s s %、  
 S b : 0 . 0 1 ~ 0 . 1 0 m a s s %、  
 S および S e のうちから選ばれる1種または2種 : 合計 0 . 0 0 5 ~ 0 . 0 5 m a s s %  
 を含有し、残部が F e および不可避免的不純物からなる鋼スラブを 1 2 5 0 以上の温度に  
 加熱した後、熱間圧延して板厚 1 . 8 m m 以上の熱延板とし、1回または中間焼鈍を挟む  
 2回以上の冷間圧延して最終板厚 0 . 1 2 ~ 0 . 2 0 m m の冷延板とし、一次再結晶焼鈍  
 し、仕上焼鈍する一連の工程からなる方向性電磁鋼板の製造工程において、  
 上記鋼スラブの s o l . A l / N の値を 2 . 0 ~ 2 . 8 の範囲とし、かつ、仕上焼鈍にお  
 ける二次再結晶前の鋼板を 7 7 5 ~ 8 7 5 の温度域に 4 0 ~ 2 0 0 時間保定した後、  
1 0 ~ 6 0 / h r の昇温速度で二次再結晶温度域まで加熱す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】

前記成分組成に加えてさらに、Ge, Bi, V, Nb, Te, Cr, SnおよびMoのうちから選ばれる1種または2種以上を合計で0.002~1.0mass%含有することを特徴とする請求項1に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項3】

前記一次再結晶焼鈍の加熱過程における200~700間を昇温速度50/s以上で加熱することを特徴とする請求項1または2に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項4】

前記一次再結晶焼鈍の加熱過程における250~600間のいずれかの温度において、1~10秒間、等温に保持することを特徴とする請求項1~3のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

10

【請求項5】

最終の冷間圧延以降において、鋼板表面に磁区細分化処理を施すことを特徴とする請求項1~4のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、主として変圧器や発電機等の鉄心に用いられる方向性電磁鋼板の製造方法に関し、具体的には、板厚が0.20mm以下の極薄かつ低鉄損の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】

20

【0002】

Siを含有し、結晶方位が{110}<001>方位(Goss方位)や{100}<001>方位(Cube方位)に高度に配向した方向性電磁鋼板は、優れた軟磁気特性を示すことから、商用周波数領域で用いられる各種電気機器の鉄心材料として広く用いられている。このような用途に用いられる方向性電磁鋼板には、一般に、50Hzの周波数で1.7Tに磁化させたときの磁気損失を表す鉄損 $W_{1.7/50}$ (W/kg)が低いことが求められる。その理由は、発電機や変圧器の効率は、 $W_{1.7/50}$ の値が低い鉄心材料を用いることで、大幅に向上することができるからである。そのため、鉄損の低い材料の開発が益々強く求められるようになってきている。

【0003】

30

電磁鋼板の鉄損は、結晶方位や純度等に依存するヒステリシス損と、板厚や比抵抗、磁区の大きさ等に依存する渦電流損との和で表される。したがって、鉄損を低減する方法としては、結晶方位の集積度を高めて磁束密度を向上し、ヒステリシス損を低減する方法や、電気抵抗を高めるSiの含有量を増加させたり、鋼板の板厚を低減したり、磁区を細分化したりすることで渦電流損を低減する方法等が知られている。

【0004】

これらの鉄損低減方法のうち、磁束密度を向上させる方法に関しては、例えば、特許文献1および特許文献2には、AlNをインヒビタとする方向性電磁鋼板の製造方法において、Niを添加しかつNi添加量に応じてSbを所定の範囲で添加することで、一次再結晶粒の成長に対し極めて強い抑制力効果が得られ、一次再結晶粒集合組織の改善と二次再結晶粒の微細化が図れるだけでなく、{110}<001>方位から圧延方向の平均面内ずれ角を小さくすることができ、鉄損を大きく低減できることが開示されている。

40

【0005】

また、板厚を低減する方法に関しては、圧延による方法と、化学研磨する方法とが知られているが、化学研磨で薄くする方法は、歩留まりの低下が大きく、工業的規模での生産には適さない。そのため、板厚を薄くする方法には、専ら圧延による方法が用いられている。しかし、圧延して板厚を薄くすると、仕上焼鈍における二次再結晶が不安定となり、磁気特性の優れた製品を安定して製造することが難しくなるという問題がある。

【0006】

この問題に対しては、例えば、特許文献3には、AlNを主インヒビタとし、強圧下最

50

終冷延を特徴とする薄手一方向性電磁鋼板の製造において、S nとS eの複合添加に加えてさらにC uおよび/またはS bを添加することにより優れた鉄損値が得られることが、特許文献4には、板厚0.20mm以下の薄手一方向性電磁鋼板の製造方法において、N bを添加することによって炭窒化物の微細分散が促進されてインヒビタが強化され、磁気特性が向上することが提案されている。また、特許文献5には、熱延板の板厚を薄くし、コイルの巻取温度を下げ、仕上焼鈍パターンを適性に制御することで、1回の冷延で磁気特性の優れた薄手一方向性電磁鋼板を製造する方法が、特許文献6には、熱延コイルの板厚を1.9mm以下とすることで、0.23mm以下の方向性電磁鋼板を一回冷延法で製造する方法が提案されている。

【先行技術文献】

10

【特許文献】

【0007】

【特許文献1】特許3357601号公報

【特許文献2】特許3357578号公報

【特許文献3】特公平07-017956号公報

【特許文献4】特開平06-025747号公報

【特許文献5】特公平07-042507号公報

【特許文献6】特開平04-341518号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

20

【0008】

方向性電磁鋼板の鉄損を低減する方法としては、上述した従来技術を適用し、圧延で板厚を薄くし、渦電流損を低下させることが有効である。しかし、最終冷延後の板厚が0.12~0.20mmという極薄の方向性電磁鋼板では、上記従来技術に開示された技術を適用しても、依然としてコイルの一部で二次再結晶不良が発生し、歩留りが低下するという問題が発生している。

【0009】

そこで、本発明の目的は、従来技術が抱える上記問題点を解決し、板厚が0.12~0.20mmの極薄方向性電磁鋼板でも二次再結晶を安定して起こさせ、製品コイル内の鉄損が均一でかつ極めて鉄損が低い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。

30

【課題を解決するための手段】

【0010】

発明者らは、板厚が薄い方向性電磁鋼板における二次再結晶挙動が不安定となる原因を解明するため、一次再結晶焼鈍後の鋼板を仕上焼鈍する際、二次再結晶途中の鋼板を取り出して、インヒビタの析出状態および結晶粒の成長状態を調査した。その結果、仕上焼鈍の昇温過程においては、インヒビタが粗大化し、結晶粒成長を抑制する力が低下すること、875以上の温度領域では、鋼板の表面酸化によりインヒビタ成分が酸化、消失し、表層粒の粗大化が起きていること、特に、その傾向は975以上で著しくなること、そして、板厚が0.12~0.20mmの極薄の方向性電磁鋼板では、上記したインヒビタの粗大化による結晶粒成長抑制力の低下、および、表層粒の粗大化の進行が二次再結晶不良の主原因であることが明らかとなった。

40

【0011】

そこで、発明者らは、さらに検討を重ねた結果、(1)Ni, C uおよびS bを複合添加すると共に、sol . AlとNの比(sol . Al / N)を適正範囲に制御することで、仕上焼鈍の昇温過程におけるインヒビタの抑制力低下を抑止できること、(2)仕上焼鈍の昇温過程で二次再結晶が起きる前に、775~875の温度域で所定時間保定することにより、875以上の鋼板表面酸化による表層粒の粗大化を抑制し得ること、したがって、これらの知見を適用することで、コイル全長にわたって二次再結晶が安定して起こり、コイル内の鉄損が均一でしかも極めて低鉄損の極薄方向性電磁鋼板を製造するこ

50

とが可能となることを見出した。

【0012】

上記知見に基づき開発した本発明は、C：0.04～0.12mass%、Si：1.5～5.0mass%、Mn：0.01～1.0mass%、Ni：0.10～1.0mass%、sol.Al：0.010～0.040mass%、N：0.004～0.02mass%、Cu：0.02～1.0mass%、Sb：0.01～0.10mass%、SおよびSeのうちから選ばれる1種または2種：合計0.005～0.05mass%を含有し、残部がFeおよび不可避的不純物からなる鋼スラブを1250以上の温度に加熱した後、熱間圧延して板厚1.8mm以上の熱延板とし、1回または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延して最終板厚0.12～0.20mmの冷延板とし、一次再結晶焼鈍し、仕上焼鈍する一連の工程からなる方向性電磁鋼板の製造工程において、上記鋼スラブのsol.Al/Nの値を2.0～2.8の範囲とし、かつ、仕上焼鈍における二次再結晶前の鋼板を775～875の温度域に40～200時間保定した後、10～60/h<sub>r</sub>の昇温速度で二次再結晶温度域まで加熱することを特徴とする方向性電磁鋼板の製造方法を提案する。

10

【0013】

本発明の方向性電磁鋼板の製造方法は、上記成分組成に加えてさらに、Ge、Bi、V、Nb、Te、Cr、SnおよびMoのうちから選ばれる1種または2種以上を合計で0.002～1.0mass%含有することを特徴とする。

【0014】

また、本発明の方向性電磁鋼板の製造方法は、上記一次再結晶焼鈍の加熱過程における200～700間を昇温速度50/s以上で加熱することを特徴とする。

20

【0015】

また、本発明の方向性電磁鋼板の製造方法は、上記一次再結晶焼鈍の加熱過程における250～600間のいずれかの温度において、1～10秒間、等温に保持することを特徴とする。

【0016】

また、本発明の方向性電磁鋼板の製造方法は、最終冷間圧延以降において、鋼板表面に磁区細分化処理を施すことを特徴とする。

【発明の効果】

30

【0017】

本発明によれば、Ni、CuおよびSbの添加量と、sol.Al/Nの値を適正範囲に制御することで、仕上焼鈍における二次再結晶前のインヒビタの抑制力低下を抑止し、さらに、仕上焼鈍における二次再結晶前の鋼板温度を一定の温度領域に保定することで、表層粒の粗大化を抑制し、二次再結晶を安定して生じさせることができるので、優れた鉄損特性を有する高磁束密度の極薄方向性電磁鋼板を高い歩留りをもって製造することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【0018】

【図1】鉄損 $W_{17/50}$ のコイル内変動に及ぼすsol.Al/N、添加元素(Ni、Cu、Sb)および仕上焼鈍時の加熱パターンの影響を示す図である。

40

【図2】磁束密度 $B_8$ のコイル内変動に及ぼすsol.Al/N、添加元素(Ni、Cu、Sb)および仕上焼鈍時の加熱パターンの影響を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0019】

以下、本発明を開発するに至った実験について説明する。

C：0.07mass%、Si：3.4mass%、Mn：0.07mass%、Ni：0.3mass%、Cu：0.03mass%、Sb：0.04mass%およびSe：0.015mass%を含有し、さらにsol.Al/Nを1.8～3.1の範囲で変化させた4種類の鋼(表1のNo.1～4)と、C：0.07mass%、Si：3.4

50

mass%、Mn：0.07mass%、sol.Al：0.027mass%、N：0.01mass%およびSe：0.015mass%を含有し、さらにNi、CuおよびSbの含有量を変化させた3種類の鋼(表1のNo.5~7)の計7種の鋼スラブを、熱間圧延して板厚：2.4mmの熱延コイルとした後、900×40秒の熱延板焼鈍を施し、酸洗し、冷間圧延して板厚：1.5mmの中間冷延板とし、1150×80秒の中間焼鈍を施した後、170で温間圧延して最終板厚：0.17mmの冷延板とした。

【0020】

その後、上記冷延板を脱脂処理し、H<sub>2</sub>：60vol%とN<sub>2</sub>：40vol%からなる湿水素雰囲気下で、850×2分間の脱炭を兼ねた一次再結晶焼鈍を施した後、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を鋼板表面に塗布し、二次再結晶させる仕上焼鈍を施した。

なお、上記仕上焼鈍は、850までをN<sub>2</sub>雰囲気下で20/hの昇温速度で加熱し、その後、保定を行わない条件(FAパターン1)と、上記加熱に続き、850で50時間保定処理を施す条件(FAパターン2)の2水準で加熱し、その後、850~1150の間をN<sub>2</sub>：25vol%とH<sub>2</sub>：75vol%の混合雰囲気下で、また、1150~1200の間をH<sub>2</sub>雰囲気下で、20/hの昇温速度で加熱し、さらに、H<sub>2</sub>雰囲気中で1200×10時間の均熱処理を施した後、冷却し、800以下をN<sub>2</sub>雰囲気下で冷却する条件で行った。

仕上焼鈍した鋼板は、その後、未反応の焼鈍分離剤を除去した後、リン酸アルミニウムとコロイダルシリカを主成分とする絶縁被膜を被成して製品板とした。

【0021】

斯くして得られた全長4000mの製品コイルのコイル長手方向0m、1000m、2000m、3000mおよび4000mの計5箇所の位置から、磁気測定用の試験片を採取し、JIS C2550に記載の方法で、鉄損W<sub>17/50</sub>および磁束密度B<sub>8</sub>を測定し、それらの測定値の中で、特性が最も悪い値をコイル内保証値、最も良好な値をコイル内良好値とし、その結果を表2および図1および図2に示した。

【0022】

【表1】

鋼 No.	化 学 成 分 (m a s s %)									sol. Al/N
	C	Si	Mn	Ni	sol. Al	N	Cu	Sb	Se	
1	0.07	3.4	0.07	0.3	0.018	0.010	0.03	0.04	0.015	1.8
2	0.07	3.4	0.07	0.3	0.021	0.010	0.03	0.04	0.015	2.1
3	0.07	3.4	0.07	0.3	0.027	0.010	0.03	0.04	0.015	2.7
4	0.07	3.4	0.07	0.3	0.031	0.010	0.03	0.04	0.015	3.1
5	0.07	3.4	0.07	0	0.027	0.010	0.03	0.04	0.015	2.7
6	0.07	3.4	0.07	0.3	0.027	0.010	0.01	0.04	0.015	2.7
7	0.07	3.4	0.07	0.3	0.027	0.010	0.03	0.001	0.015	2.7

【0023】

【表 2】

鋼 No.	sol. Al/N	FAパターン1				FAパターン2			
		コイル内保証値		コイル内良好値		コイル内保証値		コイル内良好値	
		B <sub>8</sub> (T)	W <sub>17/50</sub> (W/kg)						
1	1.8	1.85	1.12	1.93	0.83	1.86	1.11	1.93	0.84
2	2.1	1.86	1.11	1.94	0.82	1.95	0.83	1.94	0.84
3	2.7	1.89	1.09	1.95	0.80	1.96	0.81	1.95	0.82
4	3.1	1.72	1.49	1.93	0.86	1.74	1.47	1.93	0.84
5	2.7	1.82	1.23	1.93	0.85	1.90	1.05	1.93	0.85
6	2.7	1.80	1.29	1.94	0.81	1.89	1.02	1.94	0.81
7	2.7	1.83	1.22	1.93	0.84	1.89	1.01	1.95	0.82

## 【0024】

図1および図2から、コイル内の最も良好な値を示すコイル内良好値は、鉄損 $W_{17/50}$ および磁束密度 $B_8$ とも、sol. Al/N、添加元素(Ni, Cu, Sb)および仕上焼鈍の加熱パターンによる影響は見られずほぼ同等の良好な値を示しているが、コイル内で特性が最も悪い値を示すコイル内保証値については、sol. Al/Nや添加元素(Ni, Cu, Sb)、仕上焼鈍の加熱パターンにより大きく変化していることがわかる。

## 【0025】

例えば、sol. Al/Nの値が2.1および2.7で、かつ、Ni, CuおよびSbを適性量含有しているNo. 2およびNo. 3の鋼は、850で50時間保定したFAパターン2において、コイル内保証値の磁気特性がコイル内良好値と同レベルの優れた値を示している。これに対して、sol. Al/Nの値が1.8および3.1であるか、Ni, CuおよびSbを適性量含有していないか、あるいは、850で50時間保定しなかったFAパターン1の鋼(No. 1, 4~7)では、コイル内保証値はコイル内良好値と比較して大きく劣っている。

## 【0026】

そこで、この原因を調査するため、一次再結晶焼鈍後の鋼板を仕上焼鈍する際、二次再結晶焼鈍途中の鋼板を取り出して、インヒビタの析出状態および結晶粒の成長状態を調査した。その結果、sol. Al/Nの値や、Ni, CuおよびSbの添加量に伴ってインヒビタの抑制力が変化し、また、仕上焼鈍の加熱過程において850で50時間の保定を行った場合には、表層粒の粗大化の進行が抑制されること、したがって、sol. Al/Nの値を適性範囲に制御し、Ni, CuおよびSbを適性量複合添加することに加えて、仕上焼鈍の加熱過程で、二次再結晶前の鋼板を一定温度領域に所定時間保定することで、コイル内の変動がなくしかも優れた磁気特性を有する方向性電磁鋼板を製造し得ることがわかった。

本発明は、上記知見に基づいてなされたものである。

## 【0027】

次に、本発明の方向性電磁鋼板の素材となる鋼スラブの成分組成について説明する。

C: 0.04 ~ 0.12 mass %

Cは、熱間圧延、冷間圧延中の組織の均一微細化ならびにGoss方位の発達のために有用な元素であり、少なくとも0.04 mass %を含有させる必要がある。しかし、0.12 mass %を超えて添加すると、一次再結晶焼鈍で脱炭不足を起こし、磁気特性が

10

20

30

40

50

劣化するおそれがある。よって、Cは0.04~0.12mass%の範囲とする。好ましくは0.05~0.10mass%の範囲である。

【0028】

Si: 1.5~5.0mass%

Siは、鋼板の比抵抗を高めて鉄損の低減に有効に寄与する元素であり、良好な磁気特性を確保する観点から、本発明では1.5mass%以上含有させる。一方、5.0mass%を超える添加は、冷間加工性を著しく害するようになる。よって、Siは1.5~5.0mass%の範囲とする。好ましくは2.0~4.0mass%の範囲である。

【0029】

Mn: 0.01~1.0mass%

Mnは、熱間加工性を改善し、熱間圧延時の表面疵を防止するのに有効な元素であり、斯かる効果を得るためには0.01mass%以上含有させる必要がある。しかし、1.0mass%を超えて添加すると、磁束密度が低下するようになる。よって、Mnは0.01~1.0mass%の範囲とする。好ましくは0.04~0.2mass%の範囲である。

【0030】

sol. Al: 0.010~0.040mass%

Alは、インヒビタであるAlNを構成する必須の元素であり、sol. Alとして0.010mass%未満では、熱延時や熱延板焼鈍の昇温過程等において析出するAlNの量が不足し、インヒビタの効果を得ることができない。一方、0.040mass%を超えて添加すると、析出するインヒビタが複合粗大化し、逆に抑制力が低下してしまう。よって、AlNのインヒビタ効果を十分に得るためには、Alはsol. Alで0.010~0.040mass%の範囲とする必要がある。好ましくは0.02~0.03mass%の範囲である。

【0031】

N: 0.004~0.02mass%

Nは、Alと同様、インヒビタであるAlNを構成する必須の元素である。ただし、このNは、冷延工程において窒化処理を施し、添加することが可能であるので、スラブ段階では、0.004mass%以上含有していればよい。ただし、冷延工程において窒化処理を施さない場合には0.005mass%以上含有させる必要がある。一方、Nを0.02mass%超え添加した場合には、熱間圧延においてふくれを生じるおそれがある。よって、Nは0.004~0.02mass%の範囲とする。好ましくは0.005~0.01mass%の範囲である。

【0032】

SおよびSe: 合計で0.005~0.05mass%

SおよびSeは、Cu<sub>2</sub>SやCu<sub>2</sub>Se等を、AlNと複合して微細析出させるために必要な必須の元素である。斯かる目的のため、本発明では単独もしくは合計で0.005mass%以上を含有させる必要がある。しかし、0.05mass%を超えて添加すると、析出物の粗大化を招く。よって、SおよびSeは単独または合計で0.005~0.05mass%の範囲とする。好ましくは0.01~0.03mass%の範囲である。

【0033】

Ni: 0.10~1.0mass%

Niは、粒界にSbと共偏析し、Sbの偏析効果を促進し、インヒビタの粗大化を抑止する元素であるので、0.10mass%以上含有させる。しかし、1.0mass%を超えて添加すると、一次再結晶焼鈍後の集合組織が劣化し、磁気特性が低下する原因となる。よって、Niは0.10~1.0mass%の範囲とする。好ましくは0.10~0.50mass%の範囲である。

【0034】

Cu: 0.02~1.0mass%

Cuは、Cu<sub>2</sub>SやCu<sub>2</sub>Seを構成する必須の元素である。極薄方向性電磁鋼板にお

10

20

30

40

50

いては、インヒビタがMnSやMnSeであると、仕上焼鈍中に抑制力が低下し、二次再結晶が不安定となる。一方、インヒビタがCu<sub>2</sub>S、Cu<sub>2</sub>Seであり、かつ、Ni、Sbと共に複合添加されている場合には、インヒビタの抑制力は低下し難い。そのため、本発明では、Cuを0.02mass%以上添加することを必須とする。しかし、1.0mass%を超えて含有させると、インヒビタの粗大化を招く。よって、Cuは0.02~1.0mass%の範囲とする。好ましくは0.04~0.5mass%の範囲である。

【0035】

Sb: 0.01~0.10mass%

Sbは、析出したインヒビタであるAlNやCu<sub>2</sub>S、Cu<sub>2</sub>Se、MnS、MnSeの表面に偏析し、インヒビタの粗大化を抑止するために必要な元素である。斯かる効果は0.01mass%以上の添加で得られる。しかし、0.10mass%を超えて添加すると、脱炭反応を阻害し、磁気特性の劣化を招くようになる。よって、Sbは0.01~0.10mass%の範囲とする。好ましくは0.02~0.05mass%の範囲である。

10

【0036】

2.0 sol. Al / N 2.8

本発明の方向性電磁鋼板は、上記成分組成を満たすことに加え、酸可溶Alであるsol. Alの含有量(mass%)とNの含有量(mass%)との比が、下記式；

2.0 sol. Al / N 2.8

を満たして含有することが必要である。

20

sol. Al / Nが2.8より大きいと、微細AlNが分解し、酸化物を形成するため、AlNのインヒビタとしての抑制力が十分ではなく、表層粒の粗大化を招いてしまう。一方、2.0未満では、粒成長が強く抑制されるため、Goss方位粒が良好な二次再結晶するために必要な十分な大きさまで成長しなくなるため、磁気特性が劣化する。なお、sol. Al / Nの値が上記式の範囲内であっても、NiとSbが添加されていない場合には、AlNが仕上焼鈍中に粗大化して二次再結晶不良が発生する。したがって、上記式が成り立つためには、NiとSbの添加を必要とする。

【0037】

本発明の方向性電磁鋼板は、上記成分組成に加えてさらに、インヒビタ補助成分として、Ge、Bi、V、Nb、Te、Cr、SnおよびMoのうちから選ばれる1種または2種以上を、合計で0.002~1.0mass%の範囲で含有させることができる。

30

これらの元素は、いずれも析出物を形成し、結晶粒界や析出物の表面に偏析して抑制力を強化する補助的機能を果たす。斯かる作用を得るためには、これらの元素を1種または2種類以上の合計で0.002mass%以上含有させる必要がある。しかし、1.0mass%を超える添加は、鋼の脆化や脱炭不良を招くようになるからである。よって、上記元素は合計で0.002~1.0mass%の範囲で含有させるのが好ましい。

【0038】

次に、本発明の方向性電磁鋼板の製造方法について説明する。

本発明の方向性電磁鋼板の製造方法は、上述した成分組成に調整した鋼スラブを再加熱した後、熱間圧延し、必要に応じて熱延板焼鈍し、1回または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延し、一次再結晶焼鈍し、仕上焼鈍を施す一連の工程からなるものである。

40

上記鋼スラブは、上述した本発明の成分組成を満たして含有する限り、特に製造方法に制限はなく、通常公知の製造条件で製造することができる。

上記鋼スラブは、その後、1250以上の温度に再加熱した後、熱間圧延に供する。再加熱温度が1250未満では、添加した元素が鋼中に固溶しないからである。なお、再加熱する方法は、ガス炉、誘導加熱炉、通電炉などの公知の方法を用いることができる。また、熱間圧延の条件は、従来公知の条件であればよく、特に制限はない。

【0039】

上記スラブ再加熱後、熱間圧延して板厚1.8mm以上の熱延板とする。ここで、熱延板の板厚を1.8mm以上に限定する理由は、圧延時間を短縮し、熱延鋼板の圧延方向の

50

温度差を低減させるためである。なお、熱間圧延の条件は、常法に準じて行えばよく、特に制限はない。

【0040】

熱間圧延して得た熱延板は、その後、必要に応じて熱延板焼鈍を施した後、酸洗し、1回または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延によって最終板厚の冷延板とする。

上記熱延板焼鈍および中間焼鈍は、熱間圧延や冷間圧延で導入された歪を利用して再結晶させるため、800以上の温度で行うことが好ましい。また、上記焼鈍における冷却を、所定の冷却速度で急冷し、鋼中の固溶C量を高めることは、二次再結晶の核生成頻度を高める効果があるので好ましい。また、急速冷却した後、所定の温度範囲で安定することは、微細カーバイドを鋼中に析出させ上記効果を高めるのでより好ましい。なお、上記の冷間圧延では、パス間時効や温間圧延を適用してもよいことは勿論である。

10

【0041】

最終板厚とした冷延板は、その後、脱脂処理し、脱炭焼鈍を兼ねた一次再結晶焼鈍を施した後、鋼板表面に焼鈍分離剤を塗布し、コイル状に巻き取った後、二次再結晶を起こさせる仕上焼鈍を施す。

なお、上記冷延板は、一次再結晶焼鈍する前に、製品板の鉄損を低減するため、鋼板表面にエッチングで溝を形成する磁区細分化処理を施してもよい。また、上記冷延板は、二次再結晶させる前までに、公知の磁区細分化処理、たとえば、微細結晶粒を生成させる点状の局所的熱処理や化学的処理を施してもよい。

さらに、一次再結晶焼鈍では、必要に応じて窒化処理を兼ねて行ってもよく、また、一次再結晶焼鈍とは別に、冷間圧延後から仕上焼鈍前までの間に、窒化処理工程を付加してもよい。

20

【0042】

上記の条件を満たして通常の一次再結晶焼鈍を施すことで、上述したような集合組織の改善効果を得ることができる。しかし、上記に加えて、一次再結晶焼鈍の加熱過程における200~700間の昇温速度を50/s以上とすることにより、一次再結晶板集合組織におけるGoss方位粒の数を増加させ、二次再結晶粒を細粒化することができるので、鉄損特性をさらに改善することができる。

【0043】

その理由は、一次再結晶を起こす駆動力は、圧延(転位の導入)によって蓄積された歪エネルギーであり、その量には結晶方位依存性があり、 $\langle 111 \rangle // ND$ 方位が最も高く、Goss方位は相対的に低い。そのため、 $\langle 111 \rangle // ND$ 方位は再結晶し易く、Goss方位は再結晶し難いことが知られている。一次再結晶焼鈍の加熱過程では、比較的低温から圧延組織の回復が起こり、ある温度域を超えたところで転位の蓄積歪エネルギーが一気に解放され、一次再結晶粒の核発生とその成長が起こる。

30

【0044】

ここで、先述したように、急速加熱技術の目的は、通常の昇温速度では、本質的に再結晶し難い方位であるGoss方位粒を、蓄積歪エネルギーを保持したまま高温域までもっていくことで、再結晶を容易にすることにある。したがって、再結晶を起こし易くするためには、急速加熱を行う温度範囲は、冷間圧延後の圧延組織の回復が起こり、かつ、再結晶核の発生が起こる200~700の範囲であることが重要であり、この温度範囲を50/s以上で急速加熱することで、上記Goss方位粒の再結晶促進効果が得られる。昇温速度が50/s未満では、圧延組織の回復が起こり易く、抑制することができないからである。なお、この昇温速度は、下記に説明する等温保持時間を除いた昇温速度である。

40

【0045】

さらに、発明者らは、一次再結晶焼鈍の加熱過程において、上記急速加熱に加えて、一次再結晶核が発生する前の温度域、具体的には、転位が十分に移動できる250~600の温度域で一時的に等温に保持し、適度の回復処理を施し、圧延加工組織に蓄積された歪エネルギーを最適化することによって、一次再結晶板集合組織におけるGoss方位粒

50

の数を増加させて二次再結晶粒を細粒化し、鉄損特性をさらに改善することができることを見出した。

【0046】

加熱途中で回復処理を施すことで鉄損特性が改善される理由については、まだ十分に明らかとなっていないが、発明者らは、次のように考えている。

上述したように、転位の蓄積歪エネルギーには結晶方位依存性があり、圧延組織においては $\langle 111 \rangle // ND$ 方位が最も高い歪エネルギーを有している。歪エネルギーが高いことは、回復能が高いことを意味するので、一次再結晶核が発生しない温度域においては、 $\langle 111 \rangle // ND$ 方位が最も回復が進行する。したがって、一次再結晶核が発生する前の転位が容易に移動できる温度域(250~600)で回復処理を施すことで、本来の $\langle 111 \rangle // ND$ 方位の再結晶優位性が失われるので、所望とするGoss方位の再結晶優位性を相対的に向上させることができる。なお、当該温度範囲における回復処理時間は、短すぎても効果がなく、一方、長時間では、あらゆる結晶方位における一次再結晶の駆動力が減少して一次再結晶を起こさせること自体が困難となる。よって、回復処理する保定時間は、1秒以上10秒以下の範囲とするのが好ましい。

10

【0047】

また、鋼板表面に塗布する焼鈍分離剤は、公知のものを用いることができるが、鋼板表面にフォスファイト質の被膜を形成するか否かによって使い分けるのが好ましく、例えば、上記の被膜を形成させる場合にはMgOを主成分とする焼鈍分離剤を、一方、鋼板表面を鏡面化したい場合には、被膜を形成しない $Al_2O_3$ 系等の焼鈍分離剤を用いることが好ましい。

20

【0048】

また、上記仕上焼鈍は、通常、二次再結晶焼鈍と純化焼鈍を兼ねて、最高1200程度の温度で行われる、本発明の製造方法において、最も重要な工程である。すなわち、本発明の方向性電磁鋼板の製造方法は、上記仕上焼鈍の昇温過程において、二次再結晶前の775~875の温度域で40~200時間保定することを特徴する。

【0049】

通常、二次再結晶は1000付近の温度で起こるが、875を超える温度域では、インヒビタ成分の酸化がおり、鋼板表層の一次再結晶粒が粗大化する。そして、この表層一次再結晶粒の粗大化は、板厚が薄い方向性電磁鋼板においては、二次再結晶不良を引き起こす原因となる。

30

【0050】

発明者らは、この問題点の解決策について研究を重ねた結果、二次再結晶を起こす前の鋼板を、775~875の温度域で40~200時間保定してやることによって、表層一次再結晶粒の粗大化が抑制されることを見出した。上記保定時間が40時間未満では、表層一次再結晶粒が粗大化し、二次再結晶不良となり、磁気特性が劣化する。一方、保定時間が200時間を超えると、一次再結晶粒が全体的に粗大化して、Goss方位以外の粒も粗大化するため二次再結晶が起こり難くなり、やはり、磁気特性が劣化する。

なお、上記二次再結晶前の保定処理は、775~875間の特定温度で40~200時間保定してもよいし、775~875の間を40~200時間かけて昇温するようにしてもよい。

40

【0051】

上記のように、775~875の温度域で40~200時間保持することで、表層一次再結晶粒の粗大化が抑制される理由については、以下のように考えている。

インヒビタとしてAlNを用いる方向性電磁鋼板の製造では、凡そ920以上の温度でAlNが分解し、表層の一次再結晶粒の粗大化が生じる。ここで、二次再結晶を開始する前にAlNが分解するのを抑制するためには、二次再結晶温度域に速やかに昇温してやる必要があるが、コイル焼鈍では、加熱初期段階での昇温速度が緩やかとなるため、AlNの分解を抑制することができず、表層の一次再結晶粒の粗大化を招いていた。そこで、再結晶する温度まで加熱する前に、所定温度で所定時間の保定処理を行うことで、コイル

50

内の温度分布が均一となり、AlNが分解する温度域での昇温速度が速くなり、二次再結晶前の一次再結晶粒の粗大化を抑制することができる。

【0052】

なお、保定処理後の昇温速度は10 / hr以上が好ましく、20 / hr以上がより好ましい。しかし、昇温速度を大きくし過ぎると、二次再結晶粒のGoss方位への先鋭度が低下して、磁気特性が劣化するおそれがあるので、上限は60 / hr程度とするのが好ましい。

【0053】

なお、上記の保定処理を十分に行おうとすると、AlN以外のインヒビタであるMnSやMnSeが粗大化して抑制力が低下するおそれがある。そこで、本発明では、インヒビタとして抑制力が低下し難いCu<sub>2</sub>SやCu<sub>2</sub>Seを用いると共に、Sbを添加し、析出したCu<sub>2</sub>SやCu<sub>2</sub>Seのインヒビタ表面にSbを偏析させて、インヒビタの粗大化を抑制する。さらに、Niを添加するとSbの偏析が促進されるので、Cu<sub>2</sub>SやCu<sub>2</sub>Seの抑制力がより補強され、インヒビタの抑制力を高く保持することが可能となる。

【0054】

なお、上記仕上焼鈍における雰囲気ガスとしては、N<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>、Arあるいはこれらの混合ガスを用いるが、一般に、温度が850 以下の加熱過程および冷却過程では、N<sub>2</sub>が、それ以上の温度では、H<sub>2</sub>またはH<sub>2</sub>とN<sub>2</sub>あるいはH<sub>2</sub>とArの混合ガスが用いられる。

【0055】

仕上焼鈍した鋼板は、その後、鋼板表面の未反応焼鈍分離剤を除去した後、必要に応じて、絶縁コーティングを塗布・焼付けたり、平坦化焼鈍を施したりして製品板とする。上記絶縁コーティングは、鉄損を低減するためには、張力コーティングを用いることが好ましい。また、仕上焼鈍後の鋼板に、鉄損を低減するため、プラズマジェットやレーザー照射、電子ビーム照射を線状に施したり、突起状ロールで線状の歪を付与したりする公知の磁区細分化処理を施してもよい。また、仕上焼鈍で鋼板表面にフォルステライト被膜を形成しない場合には、鋼板表面をさらに鏡面化処理したり、NaCl電解などで粒方位選別処理等を施したりした後、さらに、張力コーティングを施して製品板としてもよい。

【実施例1】

【0056】

C : 0.07 mass %、Si : 3.4 mass %、Mn : 0.07 mass %、sol. Al : 0.022 ~ 0.027 mass %、N : 0.005 ~ 0.009 mass %、Ni : 0.3 mass %、Cu : 0.03 mass %、Sb : 0.04 mass %およびSe : 0.015 mass %を含有し、sol. Al / Nの値を1.6 ~ 3.1の範囲で変化させた成分組成からなる12種の鋼スラブを熱間圧延して板厚 : 2.4 mmの熱延板とし、900 × 40秒の熱延板焼鈍を施した後、酸洗し、冷間圧延して中間板厚 : 1.5 mmとし、1150 × 80秒の中間焼鈍を施し、170 の温度で温間圧延して最終板厚 : 0.17 mmの冷延板とした。その後、上記冷延板に脱脂処理を施した後、H<sub>2</sub> : 60 vol %とN<sub>2</sub> : 40 vol %の湿水素雰囲気下で850 × 2分の脱炭を兼ねた一次再結晶焼鈍を施した。なお、一部の冷延板に対しては、鋼板表面に幅 : 180 μm × 深さ : 15 μmで、圧延直角方向に延びる溝を圧延方向に5 mmの間隔で形成する磁区細分化処理を施した。

その後、鋼板表面にMgOを主成分とする焼鈍分離剤として塗布した後、室温 ~ 850 までをN<sub>2</sub>雰囲気下で20 / hrで昇温し、引き続き、850 の温度で50時間保定処理した後、850 ~ 1150 の間をN<sub>2</sub> : 50 vol % + H<sub>2</sub> : 50 vol %の混合雰囲気下で、1150 ~ 1200 の間をH<sub>2</sub>雰囲気下で、それぞれ20 / hrで昇温し、さらに、H<sub>2</sub>雰囲気下で1200 × 10時間の均熱処理を施した後、冷却を開始し、800 以下をN<sub>2</sub>雰囲気下で冷却する、二次再結晶焼鈍と純化焼鈍を兼ねた仕上焼鈍を施した。仕上焼鈍後の鋼板は、未反応の焼鈍分離剤を除去した後、50 mass %のコロイダルシリカとリン酸マグネシウムからなる張力コート塗布・焼付けし、製品板と

10

20

30

40

50

した。

【 0 0 5 7 】

斯くして得た全長：4000mの製品コイルから、コイル長手方向の0m、1000m、2000m、3000mおよび4000mの計5箇所から、磁気測定用の試験片を採取し、JIS C2550に記載の方法を用いて、鉄損 $W_{17/50}$ および磁束密度 $B_8$ を測定し、5箇所の測定結果の中で最も悪い鉄損 $W_{17/50}$ および磁束密度 $B_8$ の値をコイル内保証値とし、その結果を表3に示した。

【 0 0 5 8 】

表3から、Ni, CuおよびSbを適正量添加すると共に、sol. Al/Nの値を2.0~2.8の範囲に制御することで、コイル全長にわたって、鉄損 $W_{17/50}$ および磁束密度 $B_8$ が共に優れる方向性電磁鋼板が得られることがわかる。特に、冷延板に磁区細分化処理を施したものは、磁気特性が極めて良好である。

【 0 0 5 9 】

【表3】

鋼 No.	sol. Al/N	プレーン材		磁区細分化材		備 考
		$B_8$ (T)	$W_{17/50}$ (W/kg)	$B_8$ (T)	$W_{17/50}$ (W/kg)	
1	<u>1.6</u>	1.600	1.950	1.520	1.870	比較例
2	<u>1.8</u>	1.860	1.110	—	—	比較例
3	<u>1.9</u>	1.890	1.015	1.790	0.920	比較例
4	2.0	1.950	0.840	1.870	0.746	発明例
5	2.1	1.954	0.828	—	—	発明例
6	2.3	1.960	0.810	1.880	0.700	発明例
7	2.5	1.965	0.805	1.890	0.690	発明例
8	2.7	1.960	0.810	—	—	発明例
9	2.8	1.945	0.860	1.870	0.750	発明例
10	<u>2.9</u>	1.880	0.970	1.800	0.900	比較例
11	<u>3.0</u>	1.830	1.150	1.740	1.090	比較例
12	<u>3.1</u>	1.740	1.470	—	—	比較例

【実施例2】

【 0 0 6 0 】

表4に示した成分組成を有するA~Iの鋼スラブを熱間圧延して板厚：2.4mmの熱延板とし、900×40秒の熱延板焼鈍を施した後、酸洗し、冷間圧延して板厚：1.5mmの中間板厚とし、1150×80秒の中間焼鈍を施した後、170の温度で温間圧延して最終板厚：0.17mmの冷延板とした。その後、上記冷延板を脱脂し、 $H_2$ ：60vol% +  $N_2$ ：40vol%の湿水素雰囲気下で850×2分の脱炭を兼ねた一次再結晶焼鈍を施し、鋼板表面にMgOを主成分とする焼鈍分離剤として塗布した後、室温~850までを $N_2$ 雰囲気下で20/hrで昇温し、引き続き、850で50時間保定処理を実施し、その後さらに、850~1150の間を $N_2$ 雰囲気下で、1150~1200の間を $H_2$ 雰囲気下で、それぞれ20/hrで昇温し、さらに、 $H_2$ 雰囲気下で1200×10時間の均熱処理後、冷却を開始し、800以下を $N_2$ 雰囲気下で冷却する、二次再結晶焼鈍と純化焼鈍を兼ねた仕上焼鈍を施した。仕上焼鈍後の鋼

板は、未反応の焼鈍分離剤を除去し、50mass%のコロイダルシリカとリン酸マグネシウムからなる張力コートを塗布・焼付けし、製品板とした。

【0061】

斯くして得た全長：4000mの製品コイルから、コイル長手方向の0m、1000m、2000m、3000mおよび4000mの計5箇所から、磁気測定用の試験片を採取し、JIS C2550に記載の方法を用いて、鉄損 $W_{17/50}$ および磁束密度 $B_8$ を測定し、5箇所の測定結果の中で最も悪い鉄損 $W_{17/50}$ および磁束密度 $B_8$ の値をコイル内保証値とし、その結果を表4に併記した。

【0062】

表4から、Ge, Bi, V, Nb, Te, Cr, SnおよびMoのうちのいずれかを適正範囲で添加した鋼A~Iは、それらの元素を含有していない鋼Aと比較して、鉄損 $W_{17/50}$ が向上していることがわかる。

【0063】

【 例 4 】

鋼 記号	化 学 成 分 (mass%)											鋼板磁気特性		備 考	
	C	Si	Mn	Ni	Al	N	Cu	Sb	Se	S	Ge, Bi, V, Nb, Te, Cr, Sn, Mo*	sol. Al/N	B <sub>8</sub> (T)		W <sub>17/50</sub> (W/kg)
A	0.070	3.40	0.070	0.30	0.027	0.0100	0.03	0.04	0.015	0.0001	—	2.7	1.960	0.810	発明例
B	0.075	3.24	0.065	0.30	0.025	0.0100	0.03	0.05	0.015	0.0002	Ge:0.018	2.5	1.950	0.798	発明例
C	0.080	3.55	0.060	0.30	0.026	0.0100	0.03	0.05	0.015	0.0002	Bi:0.018	2.6	1.945	0.802	発明例
D	0.075	3.40	0.064	0.30	0.024	0.0100	0.03	0.05	0.017	0.0002	V:0.020	2.4	1.950	0.794	発明例
E	0.080	3.35	0.061	0.30	0.023	0.0100	0.03	0.05	0.015	0.0002	Nb:0.020	2.3	1.950	0.789	発明例
F	0.090	3.25	0.071	0.30	0.027	0.0100	0.03	0.05	0.015	0.0002	Te:0.015	2.7	1.945	0.805	発明例
G	0.085	3.30	0.065	0.30	0.027	0.0100	0.03	0.05	0.015	0.0002	Cr:0.050	2.7	1.955	0.796	発明例
H	0.070	3.45	0.067	0.30	0.025	0.0100	0.03	0.04	0.015	0.0002	Sn:0.050	2.5	1.955	0.795	発明例
I	0.075	3.40	0.063	0.30	0.027	0.0100	0.03	0.05	0.016	0.0002	Mo:0.020	2.7	1.950	0.800	発明例

\* : 数値の記載のない成分は、含有量が0.0001 mass%以下 (ただし、Te, Moは0.0002 mass%以下) であることを示す。

【 実施例 3 】

10

20

30

40

50

## 【0064】

C : 0.07 mass %、Si : 3.4 mass %、Mn : 0.07 mass %、sol、Al : 0.027 mass %、N : 0.010 mass %、Ni : 0.3 mass %、Cu : 0.03 mass %、Sb : 0.04 mass % および Se : 0.015 % を含有する成分組成からなる鋼スラブを熱間圧延して板厚 : 2.4 mm の熱延板とし、900 × 40 秒の熱延板焼鈍を施した後、酸洗し、冷間圧延して板厚 : 1.5 mm の中間冷延板とし、1150 × 80 秒の中間焼鈍を施し、1700 の温度で温間圧延して板厚 : 0.17 mm の最終冷延板とした。その後、上記冷延板を脱脂し、 $H_2$  : 60 vol % +  $N_2$  : 40 vol % の湿水素雰囲気下で 850 × 2 分の脱炭を兼ねた一次再結晶焼鈍を施した後、鋼板表面に MgO を主成分とする焼鈍分離剤として塗布し、二次再結晶焼鈍と純化焼鈍を兼ねた仕上焼鈍を施した。

10

なお、上記仕上焼鈍は、昇温過程を大きく分けて、

(A) 室温 ~ 850 までを  $N_2$  雰囲気下で 20 / hr で昇温し、引き続き、850 で 20 時間、30 時間、40 時間、50 時間、100 時間、200 時間または 300 時間保定処理する A ~ G の 7 条件 (昇温パターン A)、

(B) 室温 ~ 750、775、825、875 または 900 までを  $N_2$  雰囲気下で 20 / hr で昇温し、引き続き、その温度で 50 時間保定処理を行う H ~ L の 5 条件 (昇温パターン B)、

(C) 室温 ~ 775 までを  $N_2$  雰囲気下で 20 / hr で昇温し、引き続き、775 から 850 までを、30 時間、40 時間、50 時間、100 時間、200 時間または 300 時間かけて一定の昇温速度で昇温する M ~ R の 6 条件 (昇温パターン C)、

20

の 3 パターンに振り分けて行い、その後は、1150 までを間を  $N_2$  : 25 vol % +  $H_2$  : 75 vol % の混合雰囲気下で、1150 ~ 1200 の間を  $H_2$  雰囲気下で、それぞれ 20 / hr で昇温し、さらに、 $H_2$  雰囲気下で 1200 × 10 時間の均熱処理を施した後、冷却を開始し、800 以下を  $N_2$  雰囲気下で冷却する条件で行った。仕上焼鈍後の鋼板は、未反応の焼鈍分離剤を除去し、50 mass % のコロイダルシリカとリン酸マグネシウムからなる張力コート塗布・焼付けし、製品板とした。

## 【0065】

斯くして得た全長 : 4000 m の製品コイルから、コイル長手方向の 0 m、1000 m、2000 m、3000 m および 4000 m の計 5 箇所から、磁気測定用の試験片を採取し、JIS C 2550 に記載の方法を用いて、鉄損  $W_{17/50}$  および磁束密度  $B_8$  を測定し、5 箇所の測定結果の中で最も悪い鉄損  $W_{17/50}$  および磁束密度  $B_8$  の値をコイル内保証値とし、その結果を表 5 に示した。

30

## 【0066】

表 5 から、二次再結晶を起こす前に、775 ~ 875 の温度域で 40 ~ 200 時間保定することで、磁気特性が大きく向上していることがわかる。また、同じ保定時間であれば、一定温度で保定する方が好ましい条件であることもわかる。

## 【0067】

【表 5】

鋼 記号	仕上焼鈍			鋼板磁気特性		備考
	昇温 パターン	均熱温度 (°C)	均熱時間 (hr)	B <sub>8</sub> (T)	W <sub>17/50</sub> (W/kg)	
A	A	850	<u>20</u>	1.900	1.052	比較例
B	A	850	<u>30</u>	1.910	0.990	比較例
C	A	850	40	1.945	0.802	発明例
D	A	850	50	1.960	0.810	発明例
E	A	850	100	1.950	0.795	発明例
F	A	850	200	1.950	0.802	発明例
G	A	850	<u>300</u>	1.930	0.876	比較例
H	B	<u>900</u>	50	1.850	1.129	比較例
I	B	875	50	1.940	0.863	発明例
J	B	825	50	1.950	0.799	発明例
K	B	775	50	1.945	0.806	発明例
L	B	<u>750</u>	50	1.890	1.022	比較例
M	C	775~875	<u>30</u>	1.880	1.033	比較例
N	C	775~875	40	1.940	0.822	発明例
O	C	775~875	50	1.953	0.815	発明例
P	C	775~875	100	1.950	0.797	発明例
Q	C	775~875	200	1.945	0.804	発明例
R	C	775~875	<u>300</u>	1.910	1.003	比較例

注：鋼M~Rは、775°C~875°Cまでを、一定の昇温速度でかつ記載した均熱時間をかけて昇温したことを示す。

## 【実施例 4】

## 【0068】

C : 0.07 mass %、Si : 3.4 mass %、Mn : 0.07 mass %、Al : 0.018 mass %、N : 0.007 mass %、Se : 0.04 mass %、Ni : 0.3 mass %、Cu : 0.03 mass %およびSb : 0.04 mass %を含有する成分組成の鋼スラブを、熱間圧延して板厚 2.4 mm の熱延コイルとし、900 で 40 秒保持する熱延板焼鈍を施し、酸洗し、一次冷間圧延して板厚 1.5 mm とし、1150 で 80 秒保持する中間焼鈍した後、170 の温度で温間圧延して最終板厚が 0.17 mm の冷延コイルとした。次いで、上記冷延コイルを 2 分し、一方には鋼板表面に幅 180 μm で圧延方向に対して直角方向に伸びる溝を圧延方向に 5 mm 間隔で形成する磁区細分化処理を施した後、他方には磁区細分化処理を施すことなく、50 vol % H<sub>2</sub> - 50 vol % N<sub>2</sub> の湿潤雰囲気下で、脱炭焼鈍を兼ねた一次再結晶焼鈍を施した。

上記一次再結晶焼鈍における 840 に達するまでの加熱は、200 から 700 までの昇温速度を、表 6 に示したように、20 / s ~ 200 / s の範囲で種々に変化させた。ただし、上記昇温速度は一定とし、かつ、その加熱途中の 450 で 0.5 秒 ~ 3

10

20

30

40

50

秒間の保定を行う条件とした。なお、一部は保定しない条件とした。

その後、鋼板表面にMgOを主体とする焼鈍分離剤を塗布した後、N<sub>2</sub>雰囲気下で850℃までを昇温速度20℃/hrで加熱し、850℃で50時間保定処理し、引き続き、昇温速度40℃/hrで、850℃~1150℃までを50vol%N<sub>2</sub>-50vol%H<sub>2</sub>の混合雰囲気下で、1150℃~1200℃までをH<sub>2</sub>雰囲気下で加熱し、さらに、H<sub>2</sub>雰囲気下で1200℃×10時間の均熱を施した、その後、800℃以下をN<sub>2</sub>雰囲気下で冷却する二次再結晶焼鈍（仕上焼鈍）を施した。次いで、仕上焼鈍を施した鋼板表面から未反応の焼鈍分離剤を除去した後、50mass%のコロイダルシリカとリン酸マグネシウムからなる張力被膜液を塗布し、焼き付けて製品コイルとした。

【0069】

斯くして得た製品コイル（全長：約4000m）の長手方向：0m、1000m、2000m、3000mおよび4000mの計5箇所から、磁気測定用の試験片を採取し、1.7Tの磁束密度における鉄損値 $W_{17/50}$ を測定し、その平均値を求めた。

上記測定の結果を、磁区細分化処理の有無に区分して、表6中に併記した。この表から、一次再結晶焼鈍における加熱過程を本発明の条件を満たして行うことにより、鉄損特性（ $W_{17/50}$ ）が大きく改善されること、特に、磁区細分化処理を施した場合における鉄損改善効果は著しいことがわかる。

【0070】

【表 6】

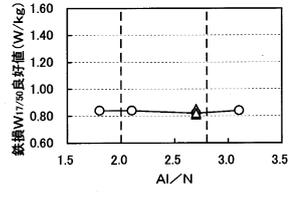
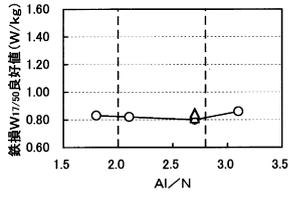
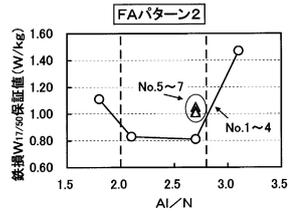
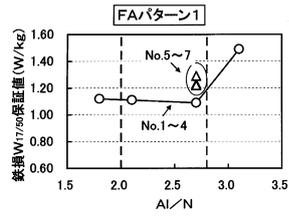
No.	一次再結晶焼鈍		鉄損 $W_{1.7/50}$ (W/kg)		備考
	昇温速度 (°C/s)	保定時間 (s)	磁区細分化 無し	磁区細分化 有り	
1	20	3	0.872	0.751	発明例
2	40	3	0.852	0.737	発明例
3	50	3	0.839	0.734	発明例
4	70	3	0.822	0.731	発明例
5	100	3	0.818	0.727	発明例
6	150	3	0.815	0.726	発明例
7	200	3	0.818	0.736	発明例
8	40	0	0.868	0.755	発明例
9	60	0	0.854	0.749	発明例
10	50	0	0.851	0.738	発明例
11	100	0	0.826	0.751	発明例
12	60	0.5	0.845	0.743	発明例
13	60	1	0.841	0.739	発明例
14	60	2	0.836	0.732	発明例
15	60	3	0.834	0.731	発明例
16	60	5	0.837	0.734	発明例
17	60	10	0.847	0.741	発明例
18	60	15	0.859	0.755	発明例

10

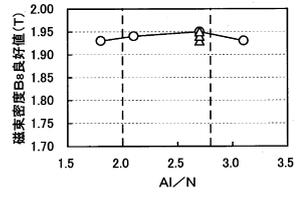
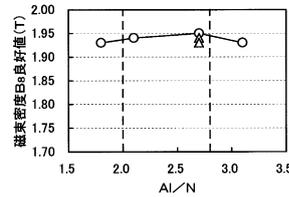
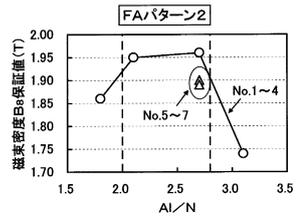
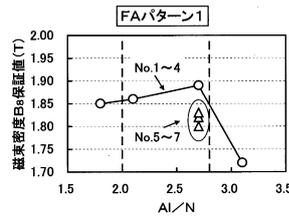
20

30

【 図 1 】



【 図 2 】



---

フロントページの続き

- (72)発明者 高島 稔  
東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社内
- (72)発明者 今村 猛  
東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社内

審査官 田口 裕健

- (56)参考文献 特開平04 - 002724 ( J P , A )  
特開2007 - 138199 ( J P , A )  
特開2009 - 164542 ( J P , A )  
特開2002 - 194445 ( J P , A )

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B名)  
C 2 1 D 8 / 1 2、 9 / 4 6  
C 2 2 C 3 8 / 0 0 - 3 8 / 6 0