

## (12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局(43) 国際公開日  
2014年6月19日(19.06.2014)

(10) 国際公開番号

WO 2014/092102 A1

## (51) 国際特許分類:

C22C 38/00 (2006.01) H01F 1/16 (2006.01)  
 C22C 38/02 (2006.01) C21D 8/12 (2006.01)  
 C22C 38/60 (2006.01)

内幸町二丁目2番3号 JFEスチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP).

## (21) 国際出願番号:

PCT/JP2013/083150

(74) 代理人: 特許業務法人銀座マロニエ特許事務所 (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).

## (22) 国際出願日:

2013年12月11日(11.12.2013)

(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, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

## (25) 国際出願の言語:

日本語

## (26) 国際公開の言語:

日本語

## (30) 優先権データ:

特願 2012-271080 2012年12月12日(12.12.2012) JP

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

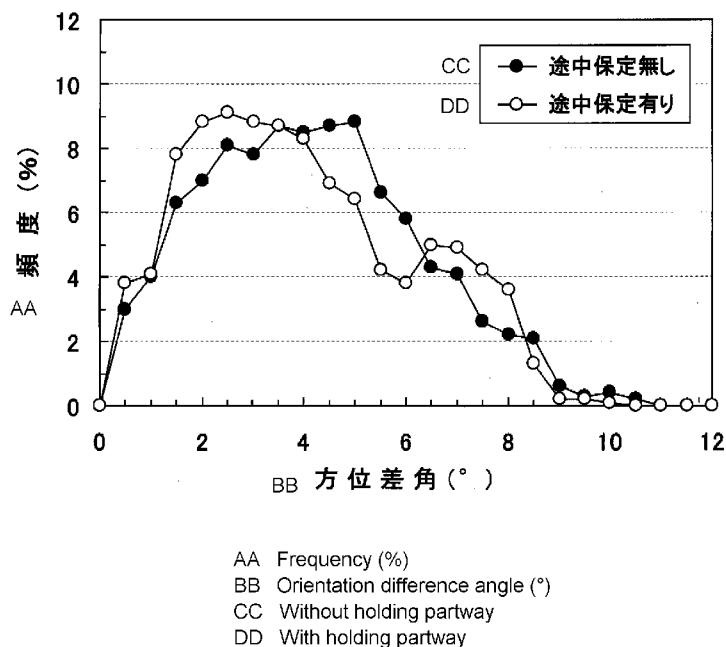
(72) 発明者: 今村 猛(IMAMURA Takeshi); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 JFEスチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 新垣 之啓(SHINGAKI Yukihiro); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 JFEスチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 末廣 龍一(SUEHIRO Ryuichi); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 JFEスチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 高宮 俊人(TAKAMIYA Toshito); 〒1000011 東京都千代田区

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, 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, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

[続葉有]

(54) Title: ORIENTED ELECTROMAGNETIC STEEL SHEET

(54) 発明の名称: 方向性電磁鋼板



を行うことで、二次再結晶粒の結晶方位とGoss方位との方位差角の分布が複数のピークを有し、かつ、好ましくは、上記複数のピークのうちの、方位差角が小さい方から2番目のピークの方位差角を5°以上、二次再結晶粒の粒径を15mm以下にしてなる鉄損特性に優れる方向性電磁鋼板。

(57) Abstract: An oriented electromagnetic steel sheet in which, when a post-cold-rolling steel sheet containing 2 to 5 mass% of Si is subjected to primary recrystallization annealing and finish annealing in which secondary recrystallization is performed and the oriented electromagnetic steel sheet is obtained, rapid heating is performed during the heating procedure in the primary recrystallization annealing and a holding process lasting several seconds is performed at a temperature partway through the heating, whereby the distribution in the orientation difference angles between the Goss orientation and the crystal orientation of the secondary recrystallized grains has a plurality of peaks, the orientation difference angle of the peak, from among the plurality of peaks, at which the orientation difference angle is the second smallest is preferably no less than 5°, the grain diameter of the secondary recrystallization grains is no greater than 15 mm, and the oriented electromagnetic steel sheet has excellent iron-loss characteristics.

(57) 要約: Si : 2 ~ 5 mass%を含有する冷間圧延後の鋼板を、一次再結晶焼純し、二次再結晶させる仕上焼純して方向性電磁鋼板とする際、上記一次再結晶焼純における加熱過程を急速加熱するとともに、上記加熱途中の温度で数秒間の保定期間を

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：方向性電磁鋼板

### 技術分野

[0001] 本発明は、変圧器や電気機器の鉄心材料等に用いて好適な方向性電磁鋼板に関するものである。

### 背景技術

[0002] 電磁鋼板は、変圧器やモータの鉄心等として広く用いられている軟磁性材料であり、中でも方向性電磁鋼板は、結晶方位がGoss方位と呼ばれる{110}<001>方位に高度に集積し、磁気特性に優れているため、主として大型の変圧器の鉄心等に使用されている。変圧器における無負荷損（エネルギーロス）を低減するためには、低鉄損であることが必要である。方向性電磁鋼板において、鉄損を低減する方法としては、Si含有量の増加や、板厚の低減、結晶方位の配向性向上、鋼板への張力付与、鋼板表面の平滑化、二次再結晶組織の細粒化などが有効であることが知られている。

[0003] これらの方法のうち、二次再結晶粒を細粒化する技術として、脱炭焼鈍時に急速加熱したり、脱炭焼鈍直前に急速加熱する熱処理を施したりすることで、一次再結晶集合組織を改善する方法が提案されている。例えば、特許文献1には、最終板厚まで圧延した冷延板を脱炭焼鈍する際、 $P_{H_2O}/P_{H_2}$ が0.2以下の非酸化性雰囲気中で、 $100^{\circ}C/s$ 以上で $700^{\circ}C$ 以上の温度に急速加熱することで、低鉄損の方向性電磁鋼板を得る技術が開示されている。また、特許文献2には、雰囲気中の酸素濃度を $500\text{ ppm}$ 以下とし、かつ、加熱速度 $100^{\circ}C/s$ 以上で $800\sim950^{\circ}C$ に急速加熱し、続いて急速加熱での温度より低い $775\sim840^{\circ}C$ の温度に保たし、さらに、 $815\sim875^{\circ}C$ の温度に保たることで、低鉄損の方向性電磁鋼板を得る技術が開示されている。また、特許文献3には、 $600^{\circ}C$ 以上の温度域を $95^{\circ}C/s$ 以上の昇温速度で $800^{\circ}C$ 以上に加熱し、かつ、この温度域の雰囲気を適正に制御することによって、被膜特性と磁気特性に優れる電磁鋼板を得る技

術が開示されている。さらに、特許文献4には、熱延板中のAINとしてのN量を25ppm以下に制限し、かつ脱炭焼鈍時に加熱速度80°C/s以上で700°C以上まで加熱することで、低鉄損の方向性電磁鋼板を得る技術が開示されている。

[0004] 急速加熱することで一次再結晶集合組織を改善するこれらの技術は、急速加熱する温度範囲を室温から700°C以上とし、昇温速度も一義的に規定するものである。この技術思想は、再結晶温度近傍までを短時間で昇温することで、通常の加熱速度であれば優先的に形成される $\gamma$ ファイバー（{111} // ND方位）の発達を抑制し、二次再結晶の核となる{110}<001>組織の発生を促進することで、一次再結晶集合組織を改善しようとするものである。そして、この技術の適用により、二次再結晶後の結晶粒（Goss方位粒）が細粒化し、鉄損特性が改善されることが知られている。

## 先行技術文献

### 特許文献

[0005] 特許文献1：特開平07-062436号公報

特許文献2：特開平10-298653号公報

特許文献3：特開2003-027194号公報

特許文献4：特開平10-130729号公報

## 発明の概要

### 発明が解決しようとする課題

[0006] 上記従来技術を適用することによって、方向性電磁鋼板の鉄損特性は大幅に改善されたものの、昨今の省エネルギーに対する要求に応えるためには、さらなる低鉄損化を図る必要がある。しかし、上記従来技術でさらに低鉄損化するためには、昇温速度を従来よりもさらに高めてやる必要があり、そのためには、誘導加熱装置や通電加熱装置の大型化、大電流化が必要となるため、設備コストや製造コストの増大を招く。さらに、昇温速度を過度に高めることは、鋼板内の温度ムラを拡大し、鋼板形状を悪化させて製造ラインへ

の通板性を悪化させたり、製品板における磁気特性のばらつきを拡大したりするという問題がある。したがって、前述した従来技術で製造される方向性電磁鋼板では、さらなる磁気特性の改善を図るには限界があった。

[0007] 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、一次再結晶焼鈍における昇温速度を過度に高めることなく二次再結晶粒を微細化でき、かつ、従来材よりも鉄損特性に優れる方向性電磁鋼板を提供することにある。

### 課題を解決するための手段

[0008] 発明者らは、上記課題の解決に向けて鋭意検討を重ねた。その結果、製品板における二次再結晶粒の結晶方位とGoss方位との方位差角の分布が2つ以上の複数のピークを有するとともに、二次再結晶粒の粒径を15mm以下に小さくした鋼板であれば、過度の急速加熱を要することなく低鉄損を実現することができるを見出し、本発明を開発するに至った。

[0009] すなわち、本発明は、Si : 2~5 mass%を含有し、二次再結晶粒の結晶方位とGoss方位との方位差角の分布が複数のピークを有し、二次再結晶粒の粒径が15mm以下であることを特徴とする方向性電磁鋼板である。

[0010] 本発明の方向性電磁鋼板は、上記複数のピークのうちの方位差角が小さい方から2番目のピークの方位差角が5°以上であることを特徴とする。

[0011] また、本発明の方向性電磁鋼板は、前記Siの外に、C : 0.005mass%未満およびMn : 0.005~1.0mass%を含有することを特徴とする。

[0012] また、本発明の方向性電磁鋼板は、上記成分に加えてさらに、Ni : 0.010~1.50mass%、Cr : 0.01~0.50mass%、Cu : 0.01~0.50mass%、P : 0.005~0.50mass%、Sn : 0.005~0.50mass%、Sb : 0.005~0.50mass%、Bi : 0.005~0.50mass%およびMo : 0.005~0.100mass%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

[0013] 本発明によれば、過度の急速加熱を行なうことなく、従来材よりも低鉄損の方向性電磁鋼板を提供することができるので、産業上、奏する効果は大である。

## 図面の簡単な説明

[0014] [図1]一次再結晶焼鈍の加熱パターンを説明する図である。

[図2]一次再結晶焼鈍の昇温速度、加熱途中における保定有無が、磁束密度B<sub>8</sub>に及ぼす影響を示すグラフである。

[図3]一次再結晶焼鈍の昇温速度、加熱途中における保定有無が、鉄損W<sub>17/5</sub>に及ぼす影響を示すグラフである。

[図4]一次再結晶焼鈍の昇温速度、加熱途中における保定有無が、二次再結晶粒の粒径に及ぼす影響を示すグラフである。

[図5]一次再結晶焼鈍の加熱途中における保定有無が、磁束密度に及ぼす影響を示すグラフである。

## 発明を実施するための形態

[0015] まず、本発明を成功に至らしめた実験について説明する。

C : 0. 055 mass%、Si : 3. 25 mass%、Mn : 0. 09 mass%、Al : 0. 021 mass%、N : 0. 0082 mass%およびSe : 0. 015 mass%を含有する鋼スラブを連続鋳造にて製造し、1410°Cの温度に再加熱した後、熱間圧延して板厚2. 2 mmの熱延板とし、1000°C×60秒の熱延板焼鈍を施した後、冷間圧延して中間板厚1. 8 mmとし、1120°C×60秒の中間焼鈍を施した後、200°Cの温度で温間圧延して最終板厚0. 27 mmの冷延板とした。

次いで、上記冷延板を、50 vol% H<sub>2</sub> - 50 vol% N<sub>2</sub>、露点60°Cの湿潤雰囲気下で、840°C×80秒の脱炭焼鈍を兼ねた一次再結晶焼鈍を施した。その際、200°Cから700°Cまでは、昇温速度を20°C/sと120°C/sの2条件とし、さらに、その昇温速度は一定のままで、加熱途中

の450°Cの温度で、図1に示したように、4秒間の保定処理を行う場合と行わない場合の2条件（合計4条件）で加熱した。ここで、上記昇温速度は、200°Cから700°Cまでを、上記保定時間を除く時間（図1中の（t<sub>1</sub>+t<sub>3</sub>）の時間）で加熱したと見做したときの値である。なお、700°Cから均熱温度までは10°C/sで加熱した。

上記一次再結晶焼鈍を施した鋼板は、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、二次再結晶焼鈍と、水素雰囲気下で1200°Cの温度に7時間保持する純化焼鈍とからなる仕上焼鈍を施し、方向性電磁鋼板とした。

[0016] 斯くして得られた製品板から試験片を採取し、JIS C 2550に記載の方法で磁束密度B<sub>8</sub>および鉄損W<sub>17/50</sub>を測定し、それらの結果を図2および図3に示した。これらの結果から、磁束密度B<sub>8</sub>は、加熱条件による違いは小さく、4条件ともほぼ同等の値であるが、鉄損W<sub>17/50</sub>は条件により異なり、昇温速度120°C/sでは、20°C/sと比較して鉄損が大きく改善されていること、特に、加熱途中の450°Cの温度で保定を行った場合には、さらに鉄損が改善されていることがわかる。

[0017] 急速加熱しかつ途中で保定処理した場合に鉄損が大きく改善される理由を調査するため、上記4条件の試験片を80°Cの10mass%HCl水溶液に2分間浸漬してフォルステライト被膜を除去し、地鉄部のマクロ外観から二次再結晶粒径を測定した。なお、上記二次再結晶粒の粒径は、マクロ組織画像をパソコンに取り込み、画像処理して粒界を認識させ、その粒界を最小二乗法により機能近似したときの長径と短径の平均値を200粒以上について測定し、それらの平均値を算出したものである。ただし、1mm以下の微細粒は、二次再結晶粒とは見做さないこととし、無視した。その測定結果を図4に示すが、二次再結晶粒の粒径は、昇温速度依存性が高く、昇温速度が大きい方が、粒径が小さくなっていることがわかる。この結果から、昇温速度が速い条件で鉄損が低くなる理由は、二次再結晶粒が小さくなるためであると推測された。しかし、図4では、昇温速度が速い条件下においても、加熱

途中の保定有無で二次再結晶粒の粒径に大きな差はないことから、他の要因が影響している可能性が示唆された。

[0018] そこで、加熱途中の保定有無によって、鉄損特性に差が生じた原因を調査するため、昇温速度が $120^{\circ}\text{C}/\text{s}$ で、保定有無の2条件について、二次再結晶粒の結晶方位を、ラウエ法を用いて測定した。なお、上記結晶方位の測定は、製品板の $1000\text{mm} \times 1000\text{mm}$ の領域を、板幅方向および長手方向に $30\text{mm}$ 間隔で合計1089点について実施した。次いで、上記測定結果から、二次再結晶粒の結晶方位と、理想的なGoss方位との方位差角を1089点すべてについて算出し、その方位差角を有する結晶粒の存在頻度(%)を、方位差角 $0.5^{\circ}$ ピッチのヒストグラムで描画した結果を図5に示した(以降、この図を「方位差角分布図」ともいう。)。この図から、保定有無による違いは、保定無しの場合には、方位差角が $4^{\circ}$ 付近に1つのピークが存在しているのに対し、保定有りの場合には、方位差角 $2.5^{\circ}$ 付近と $6.5^{\circ}$ 付近に2つのピークが存在していることであり、この2つのピークの存在によって、鉄損が低減したものと推測された。

[0019] 方位差角の分布に2つのピークがある場合に、鉄損が一段と改善される理由について、現時点で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。

鉄損の大小は、二次再結晶粒内の磁区構造に大きく影響され、方向性電磁鋼板は、そのほとんどが $180^{\circ}$ 磁区と呼ばれる圧延方向にほぼ平行な磁区で構成されている。従ってその磁区の幅が鉄損特性に大きく影響し、幅が狭いほど鉄損が低減できることになる。例えば、鋼板に機械的な線状溝を付与する磁区細分化処理法があるが、この方法は、溝を形成すると、溝断面の静磁エネルギーが増大するため、このエネルギーの増大を、磁区幅を狭くすることで解消しようとする特性を利用したものである。

[0020] ここで、方位差角の分布にピークが1つしか存在しない場合を考えると、この場合、二次再結晶粒は、結晶方位が近い結晶粒同士で構成されていると考えることができる。したがって、隣り合う2つの結晶粒が形成する粒界に

おける静磁エネルギーは、結晶方位が近いため、低い状態にある。

一方、方位差角の分布に2つ以上のピークが存在する場合には、異なる方位差角のピークに属する粒同士が隣り合う場合があり、その場合には、隣り合った粒の方位差が大きくなることから、粒界の静磁エネルギーも高くなる。その結果、高い静磁エネルギーを低減しようとして磁区幅が狭くなると考えられ、これが、鉄損がさらに改善された原因であると推測される。

[0021] しかし、磁区幅が狭くなると、磁壁量が増大するため、エネルギー収支上、静磁エネルギーの減少と磁壁エネルギーの増大とのバランスを考慮する必要がある。つまり、結晶粒径が小さいと、増加する磁壁量が減り、磁壁エネルギーの増加代が減少する。したがって、結晶粒は小さいほど、磁区幅減少の効果を享受するのに適しているといえる。

以上考察したように、急速加熱しつつ途中で保定処理した鋼板において、鉄損が大きく改善される理由は、方位差角の分布が2つのピークを有することと、結晶粒径が小さくなかったことの相乗効果によるものと考えられる。本発明は、上記新規な知見に基くものである。

[0022] 次に、本発明の方向性電磁鋼板（製品板）の成分組成について説明する。

S i : 2. 0 ~ 5. 0 mass %

S i は、鋼の比抵抗を高め、鉄損を改善するために必要な元素である。しかし、S i が2. 0 mass %未満では上記鉄損低減効果が十分ではなく、一方、5. 0 mass %を超えると、鋼の加工性が低下し、変圧器等に用いる際の切断加工やスリット加工が難しくなる。よって、S i は2. 0 ~ 5. 0 mass %の範囲とする。好ましくは3. 0 ~ 3. 7 mass %の範囲である。

[0023] なお、本発明の方向性電磁鋼板は、上記S i 以外の残部は、Feおよび不可避的不純物である。ただし、CおよびMnは、下記の範囲で含有することが好ましい。

C : 0. 005 mass %未満

Cは、磁気時効を起こし、磁気特性を劣化させる元素である。上記磁気時

効を抑止するには、製品板中に含まれるCは0.005 mass%未満に低減しておくことが好ましい。より好ましくは0.003 mass%以下である。

[0024] Mn : 0.005~1.0 mass%

Mnは、熱間加工性を改善するのに有効な元素であり、斯かる効果を得るために、鋼素材中に0.005 mass%以上含有させるのが好ましい。しかし、1.0 mass%を超える添加は、磁束密度の低下を招くので、上限は1.0 mass%とするのが好ましい。より好ましくは0.02~0.20 mass%の範囲である。

[0025] さらに、本発明の方向性電磁鋼板は、鉄損を低減させる目的で、Cr : 0.01~0.50 mass%、Cu : 0.01~0.50 mass%およびP : 0.005~0.50 mass%から選ばれる1種または2種以上を含有させててもよい。また、本発明の方向性電磁鋼板は、磁束密度を向上させる目的で、上記の成分に加えてさらに、Ni : 0.010~1.50 mass%、Sb : 0.005~0.50 mass%、Sn : 0.005~0.50 mass%、Bi : 0.005~0.50 mass%およびMo : 0.005~0.100 mass%のうちから選ばれる1種または2種以上を含有させててもよい。それぞれの含有量が、上記下限値より少ないと、十分な添加効果が得られず、一方、上記上限値を超えると、二次再結晶が不安定となり、磁束密度の低下を招いたりするので好ましくない。

[0026] 次に、本発明の方向性電磁鋼板について説明する。

まず、本発明の方向性電磁鋼板は、二次再結晶粒の結晶方位とGoss方位との方位差角の分布が2つ以上の複数のピークを有することが必要である。ここで、上記方位差角の分布におけるピークとは、二次再結晶粒の結晶方位と、理想的なGoss方位との方位差角と、その方位差角を有する結晶粒の存在頻度(%)を、方位差角0.5°ピッチのヒストグラムで描画した方位差角分布図において認められるピークのことであり、方位差角の小さい方から第1ピーク、第2ピーク・・・と称することとする。なお、第2ピーク

は、第1ピークと第2ピークの間の最低頻度に対して、それ以上の頻度が2点以上連続して存在するときに有りと判定する。従って、プラトーな部分はピークと見做さない。

[0027] また、鉄損特性を向上する観点からは、前述したように、第1ピークと第2ピークとはある程度の間隔を有していることが好ましく、第2ピークの方位差角は5°以上であることが好ましい。ただし、方位差角が大きくなり過ぎると、その粒自体の磁気特性が劣化し、鋼板全体としての鉄損も増大するので、第2ピークの存在位置は10°以下であることが好ましい。なお、方位差角分布図において認められるピーク数は2つに限定されるものではなく、3以上であってもよい。

[0028] 次に、本発明の方向性電磁鋼板は、二次再結晶粒の粒径が15mm以下であることが必要である。ここで、上記二次再結晶粒の粒径は、マクロ組織における粒界を橿円近似したときの長径と短径の平均値を、200粒以上について測定し、その平均値をいう。前述したとおり、二次再結晶粒の粒径が大きいと、磁区幅が減少して磁壁が増えた場合の磁壁量が大きく増加するため、磁区幅減少代が小さくなり、鉄損低減効果も小さくなることから、二次再結晶粒の粒径は15mm以下であることが必要である。好ましくは12mm以下である。

[0029] 次に、本発明の方向性電磁鋼板を製造する方法について説明する。

本発明の方向性電磁鋼板は、方向性電磁鋼板の製造方法として一般的な方法、すなわち、所定の成分組成を有する鋼を溶製し、鋼スラブとした後、熱間圧延し、必要に応じて熱延板焼鈍し、冷間圧延し、一次再結晶焼鈍あるいは脱炭を兼ねた一次再結晶焼鈍し、仕上焼鈍した後、必要に応じて絶縁被膜を被成する方法で製造することができる。

[0030] 上記鋼スラブは、所定の成分組成に調整した鋼を常法の精錬プロセスで溶製し、常法の連続鋳造法または造塊一分塊圧延法等で鋼スラブとする。あるいは、直接鋳造法で、100mm以下の厚さの薄鋳片としてもよい。なお、前述した任意に含有させる成分は、製造工程の途中で添加することは困難で

るので、製鋼段階で所定の範囲に調整しておくのが好ましい。

- [0031] 上記鋼スラブは、A I, N, S e, S等のインヒビター成分を含有する場合には、続く熱間圧延するに当って、それらの元素を固溶させるため、1400°C程度の高温に再加熱した後、熱間圧延に供するのが好ましい。一方、インヒビター成分を含有しない場合には、スラブの再加熱温度は1250°C以下とすることができます、また、熱延温度を確保できる限り、スラブ製造後、再加熱することなく、直ちに熱間圧延に供してもよい。また、薄鋳片の場合には、熱間圧延してもよいし、熱間圧延を省略して、そのまま以後の工程に進めてよい。
- [0032] 次いで、常法に準じて熱間圧延し、得られた鋼板（熱延板）は、必要に応じて熱延板焼鈍を施す。この熱延板焼鈍の温度は、良好な磁気特性を得るためにには、800～1150°Cの範囲とするのが好ましい。800°C未満では、熱延で形成されたバンド組織が残留し、整粒の一次再結晶組織を得ることが難しく、二次再結晶粒の発達が阻害されることがある。一方、1150°Cを超えると、熱延板焼鈍後の粒径が粗大化し過ぎて、やはり、整粒の一次再結晶組織を得ることが難しくなる。
- [0033] 热間圧延後あるいは熱延板焼鈍後の鋼板は、その後、1回の冷間圧延、あるいは、中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延によって最終板厚の冷延板とする。上記の中間焼鈍の温度は、900～1200°Cの範囲とするのが好ましい。900°C未満では、再結晶粒が微細化し、一次再結晶組織におけるGoss核が減少するため、磁気特性が低下するおそれがある。一方、1200°Cを超えると、熱延板焼鈍と同様、粒径が粗大化し過ぎるため、やはり、整粒の一次再結晶組織を得ることが難しくなる。また、最終板厚とする最終冷延は、一次再結晶集合組織を改善し、磁気特性を向上するため、圧延時の鋼板温度を100～300°Cに高めて行ったり、あるいは、冷間圧延の途中で、100～300°Cの温度で時効処理を1回または複数回施したりするのが好ましい。
- [0034] 最終板厚とした冷延板は、その後、本発明の方向性電磁鋼板を得るために

最も重要な工程である一次再結晶焼鈍を施す。この一次再結晶焼鈍は、脱炭焼鈍を兼ねて行ってもよい。なお、脱炭を行う場合は、脱炭性を確保する観点から、湿潤雰囲気下で800～900°Cの温度範囲で行うのが好ましい。ただし、素材Cが磁気時効を起こすおそれのない0.0050 mass%未満の場合には脱炭処理は省くことができる。

[0035] ここで、本発明の方向性電磁鋼板を得るために重要なことは、一次再結晶焼鈍における加熱を、前述したように、急速加熱することに加えて、加熱途中の温度で数秒間の保定処理を行うことである。具体的には、上記急速加熱は、200°Cから700°Cまでの間を、昇温速度50°C/s以上で加熱するのが好ましく、80°C/s以上で加熱するのがより好ましい。なお、昇温速度の上限は、磁気特性の観点からは制限はないが、昇温速度を過度に高めると、加熱装置への投入電力が増大するので、設備コストや製造コスト面からは好ましくなく、300°C/s程度とするのが望ましい。

[0036] また、加熱途中での保定処理を施す温度は、圧延組織が回復を起こすが、再結晶には至らない250～600°Cの温度範囲とするのが好ましい。同様の観点から、保定時間も、回復は起きるが再結晶には至らない1～30秒の範囲とするのが好ましく、1～10秒の範囲がより好ましい。ただし、保定温度は、必ずしも一定である必要はなく、上記温度範囲から逸脱しない限り、±15°C程度の変動は許容される。

[0037] 上記の一次再結晶焼鈍を施した冷延板は、その後、鉄損を重視する場合には、MgOを主体とする焼鈍分離剤を鋼板表面に塗布して仕上焼鈍を施すことにより、二次再結晶組織を発達させると同時に、フォルステライト被膜を鋼板表面に形成させる。一方、打ち抜き加工性を重視する場合には、焼鈍分離剤を塗布しないか、フォルステライト被膜を形成しない、即ち、MgOを含有しない、シリカやアルミナ等を主成分とする焼鈍分離剤を鋼板表面に塗布して仕上焼鈍を施すことにより、二次再結晶組織を発達させる。これらの焼鈍分離剤を鋼板表面に塗布する際は、水分を持ち込まない静電塗布を採用するのが好ましい。また、焼鈍分離剤の塗布に代えて、コイルに巻き取る際

、耐熱無機材料シート（シリカ、アルミナ、マイカ等）を鋼板間に挟み込む方法を採用してもよい。

[0038] 続く仕上焼鈍は、二次再結晶を発現させ、かつ、完了させるためには、800°C以上の温度で20時間以上保持することが望ましい。打ち抜き性を重視してフォルステライト被膜を形成させない場合には、二次再結晶が完了すればよいので、保持温度は850～950°Cとするのが好ましく、この温度に保持するだけで仕上焼鈍を終了することも可能である。一方、鉄損を重視したり、トランスの騒音を低下したりするためにフォルステライト被膜を形成させる場合には、上記の二次再結晶を完了させた後、1200°C程度まで昇温し、水素雰囲気下で純化焼鈍を施すのが好ましい。

[0039] 上記仕上焼鈍を施した鋼板は、その後、水洗やブラッシング、酸洗等で鋼板表面に付着した未反応の焼鈍分離剤を除去した後、形状矯正や鉄損低減のための平坦化焼鈍を施すことが好ましい。また、鋼板を積層して使用する場合には、鉄損を改善するために、上記平坦化焼鈍前もしくは後に、鋼板表面に絶縁被膜をコーティングするのが有効である。この絶縁被膜は、鉄損を低減する観点から、鋼板に張力を付与することができる張力付与被膜であることが好ましい。また、バインダーを介して張力付与被膜をコーティングする方法や、物理蒸着法、化学蒸着法等で無機物を鋼板表層に蒸着させて絶縁被膜を得る方法は、被膜の密着性に優れる他、鉄損低減効果が大きい被膜が得られるので好ましく適用することができる。

[0040] さらに、より低い鉄損を実現するためには、磁区細分化処理を施すことが望ましい。磁区細分化の方法としては、通常、実施されている、最終冷延板等の中間製品板の表面に溝を形成したり、最終製品板の表面に、ローラ等で溝等の機械的歪を付与したり、レーザやプラズマ等を照射して線状に熱歪や衝撃歪を付与したりする方法を好ましく用いることができる。

## 実施例 1

[0041] C : 0. 071 mass%、Si : 3. 44 mass%、Mn : 0. 12 mass%、Al : 0. 028 mass%、Se : 0. 015 mass%、

Cu : 0.05 mass%およびSb : 0.03 mass%を含有する鋼スラブを連続鋳造にて製造し、1400°Cの温度に再加熱した後、熱間圧延して板厚2.2mmの熱延板とし、1020°C×30秒の熱延板焼鈍を施した後、冷間圧延して板厚1.7mmとし、1100°C×60秒の中間焼鈍を施した後、150°Cの温度で温間圧延して最終板厚0.27mmの冷延板とした。

次いで、上記冷延板に、50 vol-%H<sub>2</sub>—50 vol-%N<sub>2</sub>、露点55°Cの湿潤雰囲気下で850°C×80秒の脱炭焼鈍を兼ねた一次再結晶焼鈍を施した。この際、850°Cまでの加熱過程における200°Cから700°Cまでの間は、表1に示したように、昇温速度を25～500°C/sの範囲で変化させ、さらに、その昇温速度を一定とした上で、加熱途中の500°Cの温度で2秒間の保定を行う条件と保定を行わない条件で加熱した。また、700°Cから均熱温度までは昇温速度10°C/sで加熱した。

次いで、上記一次再結晶焼鈍後の鋼板表面に、MgOを主体とする焼鈍分離剤を塗布した後、二次再結晶させ、さらに、H<sub>2</sub>雰囲気下で1200°Cの温度に5時間保持して純化処理する仕上焼鈍を施して、方向性電磁鋼板の製品板とした。

[0042] 斯くして得られた製品板から試験片を採取し、JIS C 2550に記載の方法で鉄損W<sub>17/50</sub>を測定した。

また、上記試験片を80°Cの10mass%HCl水溶液に2分間浸漬してフォルステライト被膜を除去し、地鉄部のマクロ外観から二次再結晶粒の粒径を測定した。なお、二次再結晶粒の粒径は、マクロ組織画像をパソコンに取り込み、画像処理して粒界を橢円近似し、長径と短径の平均値とした。ただし、1mm以下の微細粒は、二次再結晶とは見做さず無視した。

さらに、二次再結晶粒の結晶方位を、ラウエ法により、鋼板の1000mm×1000mmの範囲を、幅方向および長手方向に30mm間隔で約1089点に亘って測定し、得られた方位とGoss方位との方位差角を計算し、方位差角分布図を得た。なお、上記方位差角分布図は、0.5°ピッチの

ヒストグラムで描画し、ピークが2つ以上存在するか否かを判定し、2つ以上存在する場合は、2つ目のピークが存在する方位差角を求めた。

[0043] 上記の結果を、一次再結晶焼鈍における加熱条件と共に、表1に示した。この結果から、本発明の条件を満たす鋼板は、昇温速度を過度に高速にせずとも、低鉄損となっていることがわかる。

なお、製品板の成分組成を確認するため、上記被膜除去後の試験片の成分を分析したところ、いずれも、C : 0. 003 mass%、Si : 3. 44 mass%、Mn : 0. 12 mass%、Cu : 0. 05 mass%およびSb : 0. 03 mass%で、AlとSeは検出限界以下(0. 0010 mass%以下)であった。

[0044] [表1]

No.	加熱条件		鋼板特性			備考
	昇温速度 (°C/s)	途中保定の 有無	二次再結晶粒の粒径 (mm)	第2ピーク位置 (°)	鉄損W <sub>17/50</sub> (W/kg)	
1	25	無し	22.4	無し	0.934	比較例
2	25	有り	19.6	9.0	0.928	比較例
3	50	無し	14.3	無し	0.897	比較例
4	50	有り	14.8	8.0	0.880	発明例
5	75	無し	13.7	無し	0.895	比較例
6	75	有り	13.0	7.5	0.878	発明例
7	100	無し	11.9	無し	0.895	比較例
8	100	有り	11.7	7.5	0.871	発明例
9	150	無し	9.7	無し	0.889	比較例
10	150	有り	8.9	6.5	0.870	発明例
11	200	無し	8.6	無し	0.888	比較例
12	200	有り	8.1	7.0	0.867	発明例
13	300	無し	7.9	無し	0.884	比較例
14	300	有り	7.5	6.5	0.865	発明例
15	500	無し	7.7	無し	0.885	比較例
16	500	有り	7.8	8.0	0.869	発明例

## 実施例 2

[0045] 表2に示した種々の成分組成を有する鋼スラブを連続鋳造にて製造し、1400°Cの温度に再加熱した後、熱間圧延して板厚2.8mmの熱延板とし

、 $1000^{\circ}\text{C} \times 45$ 秒の熱延板焼鈍を施した後、冷間圧延して中間板厚 $1.5\text{ mm}$ とし、 $1100^{\circ}\text{C} \times 45$ 秒の中間焼鈍を施した後、 $220^{\circ}\text{C}$ の温度で温間圧延して最終板厚 $0.23\text{ mm}$ の冷延板とした。

次いで、上記冷延板に、 $50\text{ v o l\% H}_2 - 50\text{ v o l\% N}_2$ 、露点 $61^{\circ}\text{C}$ の湿潤雰囲気下で $850^{\circ}\text{C} \times 80$ 秒の脱炭焼鈍を兼ねた一次再結晶焼鈍を施した。この際、 $850^{\circ}\text{C}$ までの加熱過程における $200^{\circ}\text{C}$ から $700^{\circ}\text{C}$ までは、昇温速度を $150^{\circ}\text{C}/\text{s}$ とし、加熱途中の $400^{\circ}\text{C}$ の温度で $1.5$ 秒間の保定を行う条件で加熱した。また、 $700^{\circ}\text{C}$ から均熱温度までは昇温速度 $10^{\circ}\text{C}/\text{s}$ で加熱した。

次いで、上記一次再結晶焼鈍後の鋼板表面に、 $\text{MgO}$ を主体とする焼鈍分離剤を塗布した後、二次再結晶させ、さらに、 $\text{H}_2$ 雰囲気下で $1200^{\circ}\text{C}$ の温度に $10$ 時間保持して純化処理する仕上焼鈍を施して、方向性電磁鋼板の製品板とした。

[0046] 斯くして得られた製品板から試験片を採取し、JIS C 2550に記載の方法で鉄損 $W_{17/50}$ を測定した。

また、実施例1と同じ手法で、二次再結晶粒の粒径と、結晶方位と $G_{0s}$ 方位との方位差角を測定し、方位差角分布図を得、第2ピークが存在する場合には、その方位差角を求めた。

[0047] 上記の結果を表3に示した。また、参考として本実施例の被膜除去後の鋼板について、成分分析を行い、その結果を表3に併記した。同表から明らかなように、本発明の条件に適合する鋼板は、いずれも鉄損特性に優れていることがわかる。なお、本発明例の鋼板の方位差角分布図には、そのすべてに2つ以上のピークが認められた。

[0048]

[表2]

No.	鋼スラブの化学成分 (mass%)							備考
	C	Si	Mn	Se	Al	N	S	
1	0.074	3.45	0.09	0.012	0.045	0.0130	0.0021	— 発明例
2	0.072	1.55	0.07	0.008	0.028	0.0087	0.0015	— 比較例
3	0.072	3.34	0.07	0.011	0.026	0.0088	0.0041	— 発明例
4	0.069	3.32	0.25	0.015	0.026	0.0081	0.0023	Ni:0.12, Cr:0.06, P:0.012 発明例
5	0.075	3.05	0.57	0.021	0.025	0.0085	0.0022	Cu:0.06, P:0.008, Sb:0.043 発明例
6	0.072	3.41	0.12	0.011	0.027	0.0089	0.0022	Sn:0.075, Bi:0.022, Mo:0.021 発明例
7	0.045	3.38	0.20	0.009	0.045	0.0110	0.0020	Cr:0.10, Cu:0.08, Sb:0.025 発明例

\* : 化学成分欄の「-」は、分析限界 (0.001 mass%) 以下であったことを示す。

[0049]

[表3]

No.	製品板の化学成分 (mass%)				鋼板特性			備考
	C	Si	Mn	その他	二次再結晶粒の粒径 (mm)	第2ビーグ位置 (°)	鉄損W <sub>17/50</sub> (W/kg)	
1	0.0032	3.45	0.09	—	11.4	7.5	0.845	発明例
2	0.0025	<u>1.53</u>	0.07	—	13.5	6.5	1.323	比較例
3	0.0023	3.33	0.07	—	12.7	5.5	0.836	発明例
4	0.0018	3.32	0.24	Ni:0.12, Cr:0.05, P:0.011	12.8	6.0	0.827	発明例
5	0.0024	3.05	0.57	Cu:0.06, P:0.008, Sb:0.042	14.3	9.5	0.829	発明例
6	0.0028	3.40	0.12	Sn:0.075, Bi:0.022, Mo:0.02	10.5	7.0	0.835	発明例
7	0.0026	3.36	0.21	Cr:0.10, Cu:0.08, Sb:0.023	12.5	7.0	0.814	発明例

\* : 化学成分欄の「—」は、分析限界 (0.001 mass%) 以下であったことを示す。

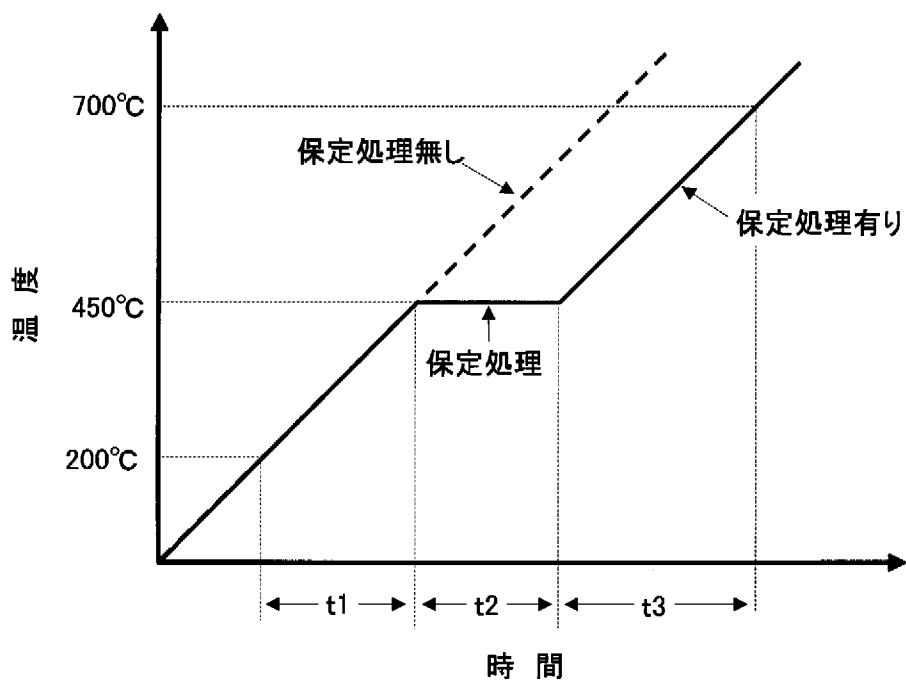
### 産業上の利用可能性

[0050] 本発明の技術は、集合組織の制御が必要とされる自動車用鋼板等にも適用することができる。

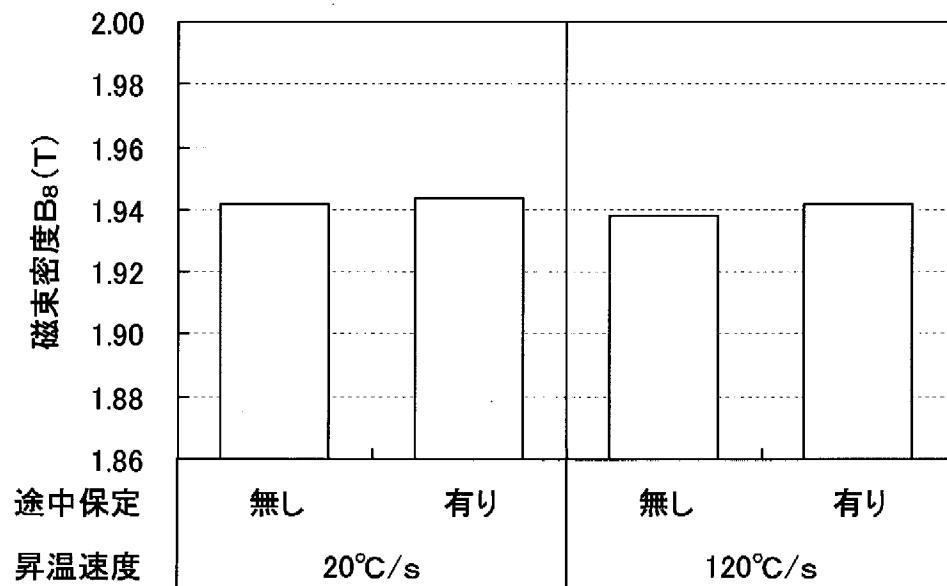
## 請求の範囲

- [請求項1] Si : 2 ~ 5 mass%を含有し、二次再結晶粒の結晶方位とGoss方位との方位差角の分布が複数のピークを有し、二次再結晶粒の粒径が15mm以下であることを特徴とする方向性電磁鋼板。
- [請求項2] 前記複数のピークのうちの方位差角が小さい方から2番目のピークの方位差角が5°以上であることを特徴とする請求項1に記載の方向性電磁鋼板。
- [請求項3] 前記Siの外に、C : 0.005mass%未満およびMn : 0.05 ~ 1.0mass%を含有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。
- [請求項4] 前記成分に加えてさらに、Ni : 0.010 ~ 1.50mass%、Cr : 0.01 ~ 0.50mass%、Cu : 0.01 ~ 0.50mass%、P : 0.005 ~ 0.50mass%、Sn : 0.005 ~ 0.50mass%、Sb : 0.005 ~ 0.50mass%、Bi : 0.005 ~ 0.50mass%およびMo : 0.005 ~ 0.100mass%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 ~ 3のいずれか1項に記載の方向性電磁鋼板。

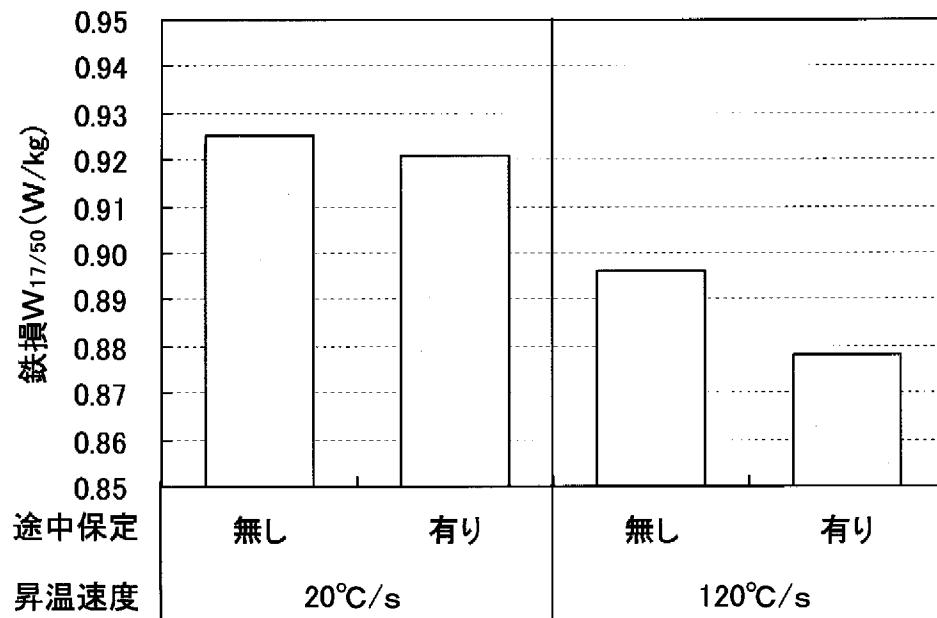
[図1]



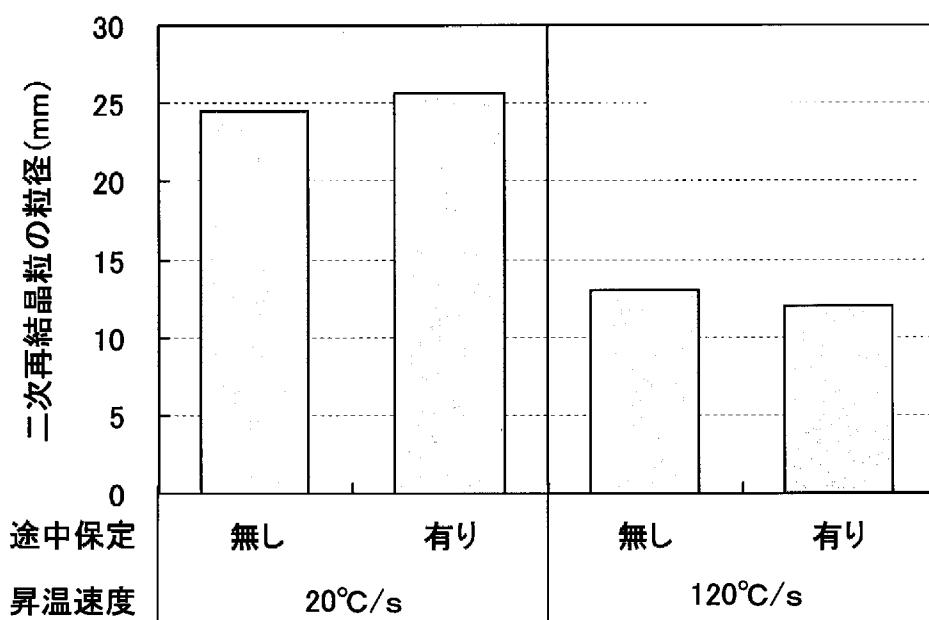
[図2]



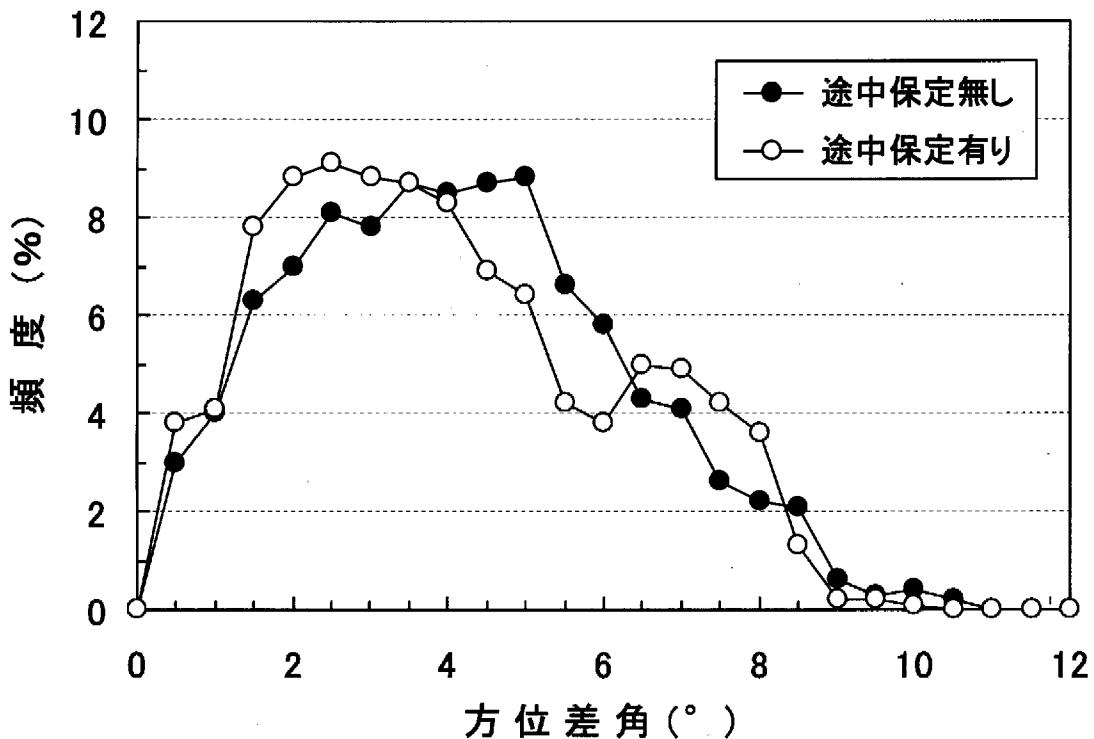
[図3]



[図4]



[図5]



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/083150

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**

C22C38/00(2006.01)i, C22C38/02(2006.01)i, C22C38/60(2006.01)i, H01F1/16 (2006.01)i, C21D8/12(2006.01)n

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)

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

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

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2014
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2014	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2014

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

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 63-105926 A (Kawasaki Steel Corp.), 11 May 1988 (11.05.1988), claims; page 2, lower right column, line 4 to page 6, lower left column, line 20; fig. 1, 2 (Family: none)	1-4
Y	JP 2007-314826 A (Nippon Steel Corp.), 06 December 2007 (06.12.2007), paragraphs [0036] to [0042]; fig. 6 & US 2009/0173413 A1 & EP 2039792 A1 & WO 2007/135877 A1 & KR 10-2008-0111153 A & CN 101454469 A & RU 2378395 C1 & BR PI0712012 A2 & KR 10-1173334 B	1-4

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

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"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

"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)

"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

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"&" document member of the same patent family

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

Date of the actual completion of the international search  
27 February, 2014 (27.02.14)

Date of mailing of the international search report  
11 March, 2014 (11.03.14)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2013/083150

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2012-126989 A (JFE Steel Corp.), 05 July 2012 (05.07.2012), claims 1 to 3; paragraph [0010]; fig. 1 & WO 2012/070249 A1 & TW 201229253 A & CA 2818926 A1 & CN 103228801 A	1-4
A	JP 10-130729 A (Nippon Steel Corp.), 19 May 1998 (19.05.1998), claims 1 to 6; paragraph [0034] (Family: none)	1-4
A	JP 60-245769 A (Kawasaki Steel Corp.), 05 December 1985 (05.12.1985), page 4, upper left column, lines 1 to 14 (Family: none)	1-4
A	JP 2003-27194 A (Nippon Steel Corp.), 29 January 2003 (29.01.2003), claims 1 to 4; paragraph [0021]; fig. 2 (Family: none)	1-4
P,X	JP 2013-47382 A (JFE Steel Corp.), 07 March 2013 (07.03.2013), claims 1 to 6 (Family: none)	1-4

## A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC))

Int.Cl. C22C38/00(2006.01)i, C22C38/02(2006.01)i, C22C38/60(2006.01)i, H01F1/16(2006.01)i,  
C21D8/12(2006.01)n

## 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. C22C38/00, C22C38/02, C22C38/60, H01F1/16, C21D8/12

## 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2014年
日本国実用新案登録公報	1996-2014年
日本国登録実用新案公報	1994-2014年

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

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 63-105926 A (川崎製鉄株式会社) 1988.05.11, 特許請求の範囲, 第2頁右下欄第4行 - 第6頁左下欄第20行, 第1図, 第2図 (ファミリーなし)	1-4
Y	JP 2007-314826 A (新日本製鐵株式会社) 2007.12.06, 【0036】-【0042】 , 【図6】 & US 2009/0173413 A1 & EP 2039792 A1 & WO 2007/135877 A1 & KR 10-2008-0111153 A & CN 101454469 A & RU 2378395 C1 & BR PI0712012 A2 & KR 10-1173334 B	1-4

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献(理由を付す)
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願目前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

## の日の後に公表された文献

- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と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
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日  27.02.2014	国際調査報告の発送日  11.03.2014
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
A	JP 2012-126989 A (JFE スチール株式会社) 2012.07.05, 【請求項 1】 - 【請求項 3】 , 【0010】 , 【図 1】 & WO 2012/070249 A1 & TW 201229253 A & CA 2818926 A1 & CN 103228801 A	1 - 4
A	JP 10-130729 A (新日本製鐵株式会社) 1998.05.19, 【請求項 1】 - 【請求項 6】 , 【0034】 (ファミリーなし)	1 - 4
A	JP 60-245769 A (川崎製鉄株式会社) 1985.12.05, 第 4 頁左上欄第 1 行 - 第 14 行 (ファミリーなし)	1 - 4
A	JP 2003-27194 A (新日本製鐵株式会社) 2003.01.29, 【請求項 1】 - 【請求項 4】 , 【0021】 , 【図 2】 (ファミリーなし)	1 - 4
P, X	JP 2013-47382 A (JFE スチール株式会社) 2013.03.07, 【請求項 1】 - 【請求項 6】 (ファミリーなし)	1 - 4