

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일

2017년 11월 9일 (09.11.2017)



(10) 국제공개번호

WO 2017/191953 A1

- (51) 국제특허분류: *C21D 8/12* (2006.01) *C01F 5/02* (2006.01)
C22C 38/02 (2006.01)
- (21) 국제출원번호: PCT/KR2017/004592
- (22) 국제출원일: 2017년 4월 28일 (28.04.2017)
- (25) 출원언어: 한국어
- (26) 공개언어: 한국어
- (30) 우선권정보: 10-2016-0054028 2016년 5월 2일 (02.05.2016) KR
- (71) 출원인: 주식회사 포스코 (POSCO) [KR/KR]; 37859 경상북도 포항시 남구 동해안로 6261 (괴동동), Gyeongsangbuk-do (KR).
- (72) 발명자: 박종호 (PARK, Jong Ho); 37859 경상북도 포항시 남구 동해안로 6261(괴동동) 포스코, Gyeongsangbuk-do (KR). 박창빈 (PARK, Chang Bean); 37859 경상북도 포항시 남구 동해안로 6261(괴동동) 포스코, Gyeongsangbuk-do (KR). 김창수 (KIM, Chang Soo); 37859 경상북도 포항시 남구 동해안로 6261(괴동동) 포스코, Gyeongsangbuk-do (KR). 박종태 (PARK, Jong Tae); 37859 경상북도 포항시 남구 동해안로 6261 (괴동동) 포스코, Gyeongsangbuk-do (KR). 김광수 (KIM, Kwang Soo); 37859 경상북도 포항시 남구 동해안로 6261 (괴동동) 포스코, Gyeongsangbuk-do (KR). 김상완 (KIM, Sang Wan); 37859 경상북도 포항시 남구 동해안로 6261 (괴동동) 포스코, Gyeongsangbuk-do (KR).
- (74) 대리인: 유미 특허법인 (YOU ME PATENT AND LAW FIRM); 06134 서울시 강남구 테헤란로 115, Seoul (KR).
- (81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU,

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

(84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (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).

공개:

— 국제조사보고서와 함께 (조약 제21조(3))



WO 2017/191953 A1

(54) Title: ANNEALING SEPARATOR COMPOSITION, METHOD FOR MANUFACTURING SAME, AND METHOD FOR MANUFACTURING GRAIN-ORIENTED ELECTRICAL STEEL SHEET USING SAME

(54) 발명의 명칭: 소둔 분리제 조성물, 이의 제조 방법, 및 이를 이용한 방향성 전기강판의 제조방법

(57) Abstract: The present invention relates to an annealing separator composition which is capable of lowering heat loss and an impurity content of steel by controlling the grain size of MgO used as an annealing separator and minimizing the amount of moisture from the MgO during finish annealing by adding an additive composition comprising a low melting point additive, and a method for manufacturing the annealing separator composition. The present invention provides an annealing separator composition comprising: an annealing separator each containing MgO particles having different grain sizes; an additive composition comprising at least one kind of low melting point grains having a melting point of 900°C or lower; and a solvent. Further, the present invention provides a method for manufacturing a grain-oriented electrical steel sheet using the annealing separator composition.

(57) 요약서: 소둔분리제로 사용되는 MgO의 입경을 제어하여 강 열 감량과 불순물 함량을 낮추고, 저융점 첨가제를 포함하는 첨가제 조성물을 첨가하여 사상 소둔시 MgO로부터의 수분량을 최소화할 수 있는 소둔분리제 조성물 및 그 제조방법에 관한 것으로, 입경이 다른 MgO 입자를 각각 포함하는 소둔 분리제, 용점이 900°C이하인 저융점 입자 중 적어도 1종 이상을 포함하는 첨가제 조성물 및 용매를 포함하는 소둔분리제 조성물을 제공한다. 또한 이러한 소둔분리제 조성물을 이용하여 방향성 전기강판을 제조하는 방법을 제공한다.

【명세서】

【발명의 명칭】

소둔 분리제 조성물, 이의 제조 방법, 및 이를 이용한 방향성 전기강판의 제조방법

5 【기술분야】

소둔 분리제 조성물, 이의 제조 방법, 및 이를 이용한 방향성 전기강판의 제조방법에 관한 것이다.

【발명의 배경이 되는 기술】

일반적으로 방향성 전기강판은, Si 2.5~4.0wt%을 함유하고, 결정립의
10 방위가 (110)[001]방향으로 정렬된 집합 조직을 가지고 있다. 이는, 압연 방향으로 우수한 자기적 특성을 발현할 수 있어, 변압기, 전동기, 발전기 및 기타 전자 기기 등의 철심 재료로 주로 사용된다.

최근에는 그 생산 효율을 높일 목적으로, 방향성 전기강판의 생산 공정에서 다뤄지는 강판(특히, 코일 형태로 권취된 강판)의 대형화가
15 추진되고 있다.

그런데, 대형화에 따른 문제점으로, 강판 내 각 부분의 온도 상승의 차이가 발생하여, 베이스 코팅이 불균일하게 형성되거나, 강판 내/외권부의 형상 불량이 유발될 수 있다.

최근의 연구에 의하면, 이러한 문제점은 소둔 분리제의 성상과 많은
20 상관성을 갖고 있다는 것이 판명되어, 소둔 분리제를 정밀하게 제어할 필요성이 대두되고 있다.

【발명의 내용】

【해결하고자 하는 과제】

본 발명의 구현예들에서는, 앞서 지적된 문제점을 해소하기 위해, 1)
25 소둔 분리제로 사용되는 MgO의 입경 등을 제어하고, 2) 저융점 첨가제를 포함하는 첨가제 조성물을 첨가한 소둔 분리제 조성물, 이의 제조 방법, 및 이를 이용한 방향성 전기강판의 제조 방법을 제공한다.

【과제의 해결 수단】

본 발명의 일 구현예에서는, 제1 MgO 입자, 제2 MgO 입자, 제3 MgO
30 입자, 또는 이들의 조합을 포함하는, 소둔 분리제; 첨가제 및 분산매를

포함하는, 첨가제 조성물; 및 용매;를 포함하는 소둔 분리제 조성물을 제공한다.

여기서, 상기 제1 MgO 입자는 평균 입경이 100 μm 이하(단, 0 μm 제외)인 것이다. 또한, 상기 제2 MgO 입자 및 상기 제3 MgO 입자는 각각
5 평균 입경이 100 μm 이상인 것이다. 그리고, 상기 첨가제는, 용점이 900°C이하인 저융점 입자 중 적어도 1종 이상을 포함하는 것이다.

구체적으로, 상기 소둔 분리제의 각 구성 요소에 관한 설명은 다음과 같다.

우선, 상기 제1 MgO 입자는, 해수 마그네시아 입자일 수 있고, 평균
10 입경이 65 내지 72 μm 이며, 순도가 99.0 내지 99.5 %일 수 있다.

한편, 상기 제2 MgO 입자 및 상기 제3 MgO 입자는 각각, 전용 마그네시아 입자일 수 있다. 이 경우, 상기 제2 MgO 입자는 평균 입경이 330 내지 350 μm 일 수 있고, 순도가 99.0 내지 99.5 %일 수 있다. 또한, 상기 제3 MgO 입자는, 평균 입경이 480 μm 이상이고, 순도가 99.8 % 이상일
15 수 있다.

보다 구체적으로, 상기 소둔 분리제는 상기 제1 MgO 입자, 상기 제2 MgO 입자, 상기 제3 MgO 입자, 또는 이들의 조합을 포함함을 언급하였다. 이때, "이들의 조합"이란, 상기 제1 MgO 입자, 상기 제2 MgO 입자, 및 상기 제3 MgO 입자 중 2 이상의 조합인 혼합물을 의미한다.

예를 들어, 상기 소둔 분리제는, 상기 제1 MgO 입자 및 상기 제2 MgO 입자의 혼합물일 수 있다. 이 경우, 상기 소둔 분리제의 총량 100 중량%에 대해, 상기 제1 MgO 입자는 50 내지 80 중량% 포함되고, 상기 제2 MgO 입자는 잔부로 포함될 수 있다. 이러한 조성을 만족할 때, 상기 소둔 분리제는, 강 열 감량(LOI: Loss on Ignition)이 0.76% 이하이고, 불순물로
20 포함된 SO₃ 및 Cl의 함량이 0.006 중량% 이하가 될 수 있다.

또 다른 예로, 상기 소둔 분리제는, 상기 제1 MgO 입자, 상기 제2 MgO 입자, 및 상기 제3 MgO 입자의 혼합물일 수 있다. 이 경우, 상기 소둔 분리제의 총량 100 중량%에 대해, 상기 제1 MgO 입자는 50 내지 80 중량% 포함되고, 상기 제2 MgO 입자는 20 내지 40 중량% 포함되고, 상기 제3 MgO
30 입자는 잔부로 포함될 수 있다. 이러한 조성을 만족할 때, 상기 소둔

분리제는, 강 열 감량(LOI: Loss on Ignition)이 0.73% 이하이고, 불순물로 포함된 SO₃ 및 Cl의 함량이 0.008 중량% 이하가 될 수 있다.

한편, 상기 첨가제 조성물에 포함되는 저융점 입자에 관한 설명은 다음과 같다.

- 5 상기 저융점 입자는, Sr, Ni, Cu, Cr, Bi, Co, Ca, Zr, Mg, 및 Mn 중에서 선택되는 금속의 화합물이 포함된 것일 수 있다. 구체적으로, 상기 저융점 입자는, 상기 금속의 화합물이 포함된 것이므로, 상기 금속의 화합물이 포함된 수화물로 이루어진 것일 수도 있다.

- 10 아울러, 상기 저융점 입자의 입경은 1.0 μm 이하이고, 상기 분산매 내 콜로이드 상으로 분산될 수 있다. 즉, 상기 입경 범위를 만족하는 저융점 입자와 상기 분산매를 포함하는 첨가제 조성물은 콜로이드 상이 된다.

이와 독립적으로, 상기 소둔 분리제 100 중량부를 기준으로, 상기 첨가제는 0.33 내지 1.05 중량부 포함되고, 상기 분산매는 2.64 내지 103.95 중량부 포함되고, 상기 용매는 잔부로 포함될 수 있다.

- 15 본 발명의 다른 일 구현예에서는, 제 1 MgO 입자, 제 2 MgO 입자, 제 3 MgO 입자, 또는 이들의 조합을 포함하는, 소둔 분리제; 첨가제 및 분산매를 포함하는, 첨가제 조성물; 및 용매;를 혼합하여, 혼합물을 제조하는 단계; 및 상기 혼합물을 교반하는 단계;를 포함하는 소둔 분리제 조성물의 제조 방법을 제공한다.

- 20 여기서, 상기 제 1 MgO 입자는, 평균 입경이 100 μm 이하(단, 0 μm 제외)인 것이다. 또한, 상기 제 2 MgO 입자 및 상기 제 3 MgO 입자는 각각, 평균 입경이 100 μm 이상인 것이다.

아울러, 상기 첨가제는, 융점이 900°C이하인 저융점 입자 중 적어도 1종 이상을 포함하는 것이다.

- 25 구체적으로, 상기 혼합물을 교반하는 단계;는, 1500 내지 2000 rpm의 속도 범위로, 10 분 이상 수행되는 것일 수 있다.

한편, 상기 혼합물을 제조하는 단계; 이전에, 상기 제 1 MgO 입자, 상기 제 2 MgO 입자, 상기 제 3 MgO 입자 중 하나 이상의 입자를 제조하여 사용할 수 있다.

- 30 보다 구체적으로, 상기 제 1 MgO를 제조하여 사용하는 경우,

해수로부터 Mg 이온을 추출하는 단계; 상기 추출된 Mg 이온을 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 과 반응시켜, $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 를 제조하는 단계; 및 상기 제조된 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 를 1800 °C 이상의 온도 범위에서 소성하여; 상기 제1 MgO 입자를 제조하는 단계;를 거칠 수 있다.

- 5 이와 독립적으로, 상기 제2 MgO 입자 또는 상기 제3 MgO 입자를 제조하여 사용하는 경우, 해수 마그네시아 입자를 2800 °C 이상의 온도 범위에서 용융하여, 상기 제2 MgO 입자 또는 상기 제3 MgO 입자를 제조하는 단계;를 거칠 수 있다. 이때, 원료로 사용하는 해수 마그네시아 입자는, 상기 제1 MgO의 제조 공정에 따라 제조된 것을 사용할 수도 있다.

- 10 본 발명의 또 다른 일 구현예에서는, 전술한 소둔 분리제 조성물을 사용하여 방향성 전기강판을 제조하는 방법을 제공한다.

- 구체적으로, 강 슬라브를 준비하는 단계; 상기 강 슬라브를 가열하는 단계; 상기 가열된 강 슬라브를 열간 압연하여, 열연판을 제조하는 단계; 상기 열연판을 냉간 압연하여, 냉연판을 제조하는 단계; 상기 냉연판을 탈탄 소둔하는 단계; 상기 탈탄 소둔된 강판의 표면 상에, 소둔 분리제 조성물을 도포하는 단계; 및 상기 소둔 분리제 조성물이 도포된 강판을 사상 소둔하는 단계;를 포함하는 일련의 공정이며, 이러한 공정에서 사용하는 소둔 분리제 조성물은 전술한 것과 같다.
- 15

- 보다 구체적으로, 상기 소둔 분리제 조성물이 도포된 강판을 사상 소둔하는 단계;는, 1150 내지 1230 °C의 온도 범위에서, 15 내지 30 시간 동안 수행될 수 있다.
- 20

한편, 상기 강 슬라브는, Si: 2.5 내지 4.0 중량%, 및 C: 0.040 내지 0.100중량%을 포함하고, 잔부로는 Fe 및 기타 불가피한 불순물을 포함하는 것을 사용할 수 있다.

- 25 **【발명의 효과】**

본 발명의 일 구현예에 따른 소둔 분리제 조성물은, 1) 소둔 분리제로 사용되는 MgO의 입경 등을 제어함으로써, 그 강 열 감량과 불순물 함량을 낮추고, 2) 저융점 첨가제를 포함하는 첨가제 조성물을 첨가함으로써, 사상 소둔 시 MgO로부터의 수분량을 최소화하는 이점이 있다.

- 30 이를 적용한 공정에서는, 베이스 코팅 특성과 자기 특성이 우수한

방향성 전기강판이 수득될 수 있다.

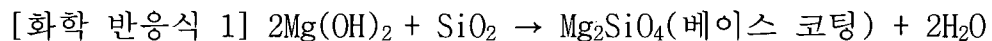
【발명을 실시하기 위한 구체적인 내용】

이하, 본 발명의 구현예들을 상세히 설명하기로 한다. 다만, 이는 예시로서 제시되는 것으로, 이에 의해 본 발명이 제한되지는 않으며 본 발명은 후술할 청구범위의 범주에 의해 정의될 뿐이다.

일반적으로, 방향성 전기강판은 Si: 2.5~4.0wt%을 함유하는 강 슬라브의 열간 압연-냉간 압연-탈탄 소둔-사상 소둔을 포함하는 공정을 거쳐 제조되고, 그 표면에 절연 피막 형성용 조성물을 도포하고, 소둔 후 열교정(Heat Flattening)하는 공정을 통해 최종 제품이 된다.

이때, 탈탄 소둔 공정은 냉간 압연된 강판(즉, 냉연판)은 내에 포함된 탄소를 제거하는 동시에, 후속 공정인 고온 소둔 공정에서 2차 재결정립의 성장을 적절히 제어하기 위해 억제제(Inhibitor)를 생성시키기 위해 요구되는 공정에 해당된다.

이러한 탈탄 소둔 공정 이후에는, 주로 MgO를 포함하는 소둔 분리제를 강판 표면에 도포한 뒤 고온 소둔하는 공정을 거치는데, 이때 상기 산화막 내 SiO₂는 상기 MgO와 반응한다. 이러한 반응은 하기 화학 반응식 1로 표시될 수 있으며, 이는 Mg₂SiO₄, 즉, 베이스 코팅을 형성시키는 반응에 해당된다.



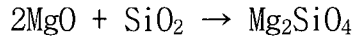
상기 베이스 코팅은 통상적으로, 코일로 권취된 강판 사이의 용착을 방지하고, 이러한 강판에 장력을 부여하여 철손을 감소시키는 효과 및 절연성을 부여하는 효과가 있다고 여겨졌다.

특히 탈탄 소둔 공정에서는, 강판 내 1차 재결정이 일어나고, 강판 표면에 산화막 내 Fe₂SiO₄, SiO₂ 등을 주성분으로 하는 산화막이 형성된다. 이후, 소둔 분리제를 탈탄 소둔된 강판에 도포하고 건조한 후, 코일로 권취하고, 사상 소둔하는 것이 일반적이다.

여기서, 소둔 분리제로는 MgO 입자를 사용하고, 여기에 용매로 물을 투입하고, 교반 장치를 이용해 분산시켜 슬러리 상으로 형성한 뒤, 강판에 도포하는 것이 일반적이다.

이와 관련하여, 사상 소둔 공정에서는, 소둔 분리제의 주성분인 MgO,

그리고 탈탄 소둔 공정에서 형성된 산화막의 주성분 중 SiO₂의 반응이 일어나 베이스 코팅(즉, 포스테라이트; Forsterite) 피막이 형성되는데, 그 화학 반응식을 나타내면 다음과 같다.



5 이러한 베이스 코팅의 형성 반응은, 그 하부에 위치하는 강판 내 인히비터(MnS, AlN) 등의 거동에 영향을 미쳐, 이후 사상 소둔 과정에서의 2차 재결정 과정을 결정하는 요인이 될 수 있고, 최종적으로는 2차 재결정에 따른 자기적 특성을 결정할 수 있다.

10 그런데, 일반적으로 알려진 소둔 분리제는, 그 성상이 정밀하게 다뤄지고 있지 않다. 구체적으로, 간수법, 해수법, 간수법, 또는 해수법으로 제조된 MgO를 재수화하는 재수화하여 Mg(OH)₂을 제조하고, 이를 800 내지 1100°C의 온도 범위에서 소성하여 최종적으로 수득되는 MgO 입자를 사용하는 것이 일반적이다.

15 다만, 이렇게 일반적으로 제조된 MgO 입자의 경우, 10 μm 내외의 미세한 입경을 가질 뿐만 아니라, 강 열 감량이 최소 0.8 %를 초과하며, 불순물로 포함되는 SO₃와 Cl의 총량이 0.02 % 초과인 것으로 알려져 있고, 대형화된 방향성 전기강판의 제조 공정에 적용되기에는 부적합하다.

20 일반적으로, MgO 입자의 강 열 감량은, MgO 입자의 표면에 생성되는 미량의 수화 수분량과 관련된다. 구체적으로, MgO 입자의 표면 일부분에는 수분과 반응한 수산화 마그네슘[Mg(OH)₂] 형태가 존재하며, 이것은 사상 소둔 공정에서 약 350 °C의 온도에 도달할 때 분해되면서(Mg(OH)₂ → MgO + H₂O), 수분을 일부 배출하는 원인이 된다.

25 이때, 코일로 권취된 강판을 사상 소둔하는 것이 일반적이며, 최근 코일의 대면적화에 따라 사상 소둔 중에는 코일 내 온도 차이가 필연적으로 발생하게 된다. 사상 소둔 공정에서의 코일 내 온도 차이는, MgO 입자의 분해 및 그에 따른 수분 배출의 시기와 정도의 차이를 유발하며, 결국 베이스 코팅이 불균일하게 형성될 뿐만 아니라 강판 내 인히비터가 소실되어 자기 특성이 열위해될 수 있다.

30 또한 일반적으로, MgO 입자는 불순물로 SO₃와 Cl를 포함한다. 이러한 불순물이 과다할 경우, 베이스 코팅과 그 하부 강판의 계면에 농화하여

베이스 코팅을 탈락시키거나, 피막의 박막화나 국부적인 얼룩, 변색 등의 표면 결함을 유발하게 된다.

이러한 문제를 인식하여 본 발명의 구현예들에서는, 1) 소둔 분리제로 사용되는 MgO의 입경 등의 물성을 제어함으로써, 그 강 열 감량과 불순물 함량을 낮추고, 2) 저융점 첨가제를 포함하는 첨가제 조성물을 첨가함으로써, 사상 소둔 시 MgO로부터의 수분량을 최소화하고자 한다.

구체적으로, 이하의 본 발명의 구현예들에서 언급하는 소둔 분리제 조성물은 소둔 분리제, 첨가제 조성물, 및 용매를 포함하는 것이다. 아울러, 상기 소둔 분리제는 특정 입경 범위를 만족하는 MgO 등의 고체 성분만을 지칭하고, 상기 첨가제 조성물은 고체 성분인 첨가제 및 액체 성분인 분산매를 포함하는 것을 지칭하고, 상기 용매는 상기 소둔 분리제 조성물 전체의 수분량을 조절하기 위해 잔부로 포함되는 액체 성분을 지칭하는 것으로 정의한다.

이하, 본 발명의 구현예들을 각각 상세히 설명한다.

본 발명의 일 구현예에서는, 제1 MgO 입자, 제2 MgO 입자, 제3 MgO 입자, 또는 이들의 조합을 포함하는, 소둔 분리제; 첨가제 및 분산매를 포함하는, 첨가제 조성물; 및 용매;를 포함하는 소둔 분리제 조성물을 제공한다.

여기서, 상기 제1 MgO 입자는 평균 입경이 100 μm 이하(단, 0 μm 제외)인 것이다. 또한, 상기 제2 MgO 입자 및 상기 제3 MgO 입자는 각각 평균 입경이 100 μm 이상인 것이다. 그리고, 상기 첨가제는, 융점이 900°C이하인 저융점 입자 중 적어도 1종 이상을 포함하는 것이다.

이처럼 각 구성 요소를 정밀하게 제어함으로써, 상기 소둔 분리제가 적용된 공정에서는, 베이스 코팅 특성과 자기 특성이 우수한 방향성 전기강판이 수득될 수 있다.

다만, 상기 제1 MgO 입자의 평균 입경이 100 μm 를 초과하면, 베이스 코팅이 불충분하게 형성될 수 있고, 탈탄 소둔 시 강판 상호간의 움직임이 용이하게 되어 권취시 강판이 밀려나오는 텔레스코프 결함이 증가할 수 있다. 이에, 본 발명의 일 구현예에서는 상기 제1 MgO 입자의 평균 입경이 100 μm 이하가 되도록 제어한다.

또한, 상기 제2 MgO 입자 및 상기 제3 MgO 입자의 경우, 각각의 평균 입경이 100 μm 미만이라도 베이스 코팅의 형상을 제어하는 효과에 큰 차이를 미치지 않지만, 원료 제조 비용이 증가하는 문제가 있다. 이에, 본 발명의 일 구현예에서는 상기 제2 MgO 입자 및 상기 제3 MgO 입자의 평균

5 입경이 각각, 100 μm 이상이 되도록 제어한다.

구체적으로, 상기 제1 MgO 입자는, 해수 마그네시아 입자일 수 있다. 이와 관련하여 후술하겠지만, 상기 해수 마그네시아 입자인 제1 MgO 입자는, 해수로부터 Mg 이온을 추출하는 단계; 상기 추출된 Mg 이온을 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 과 반응시켜, $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 를 제조하는 단계; 및 상기 제조된 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 를 1800 $^\circ\text{C}$

10 이상의 온도 범위에서 소성하여, 상기 제1 MgO 입자를 제조하는 단계;를 거쳐 제조될 수 있다.

이와 관련하여, 상기 추출된 Mg 이온을 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 과 반응시키는 것은, 치환 반응을 이용한 것인 바, 간수법, 해수법, 간수법, 또는 해수법으로 제조된 MgO를 재수화하는 재수화하여 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 을 제조하는 일반적인 공정과

15 구별된다.

또한, 상기 제조된 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 를 1800 $^\circ\text{C}$ 이상의 온도 범위에서 소성하는 공정은, 일반적인 공정에서 소성하는 온도 범위를 상회하는 것인 바, 이러한 공정 또한 구별된다.

이러한 일련의 공정에 따라, 평균 입경이 65 내지 72 μm 이며, 순도가

20 99.0 내지 99.5 %인 제1 MgO 입자가 제조될 수 있다. 아울러, 이러한 평균 입경 및 순도 범위를 가지는 제1 MgO 입자를 사용하면, 후술되는 실시예 및 평가예로부터 뒷받침되는 우수한 소둔 분리제 조성물이 제조될 수 있다.

한편, 상기 제2 MgO 입자 및 상기 제3 MgO 입자는 각각, 전용 마그네시아 입자일 수 있다. 이 경우, 해수 마그네시아 입자를 2800 $^\circ\text{C}$

25 이상의 온도 범위에서 용융하여, 상기 제2 MgO 입자 또는 상기 제3 MgO 입자를 제조하는 단계;를 거칠 수 있다. 이때, 원료로 사용하는 해수 마그네시아 입자는, 상기 제1 MgO의 제조 공정에 따라 제조된 것을 사용할 수도 있다.

이때, 해수 마그네시아 입자를 용융하는 온도가, 일반적인 공정에서

30 용융하는 온도 범위를 상회하는 것인 바, 이러한 공정 또한 구별된다.

이러한 일련의 공정에 따라, 평균 입경이 330 내지 350 μm 이고 순도가 99.0 내지 99.5 %이 되도록 상기 제2 MgO 입자를 제조하고, 이와 독립적으로, 평균 입경이 480 μm 이상이고 순도가 99.8 % 이상이 되도록 상기 제3 MgO 입자를 제조할 수 있다. 이러한 평균 입경 및 순도 범위를

5 가지는 제2 MgO 입자 및 제3 MgO 입자를 각각 사용하거나 적절히 조합하여 사용하면, 후술되는 실시예 및 평가예로부터 뒷받침되는 우수한 소둔 분리제 조성물이 제조될 수 있다.

보다 구체적으로, 상기 소둔 분리제는 상기 제1 MgO 입자, 상기 제2 MgO 입자, 상기 제3 MgO 입자, 또는 이들의 조합을 포함함을 언급하였다.

10 이때, "이들의 조합"이란, 상기 제1 MgO 입자, 상기 제2 MgO 입자, 및 상기 제3 MgO 입자 중 2 이상의 조합인 혼합물을 의미한다.

예를 들어, 상기 소둔 분리제는, 상기 제1 MgO 입자 및 상기 제2 MgO 입자의 혼합물일 수 있다. 이 경우, 상기 소둔 분리제의 총량 100 중량%에 대해, 상기 제1 MgO 입자는 50 내지 80 중량% 포함되고, 상기 제2 MgO

15 입자는 잔부로 포함될 수 있다. 이러한 조성을 만족할 때, 상기 소둔 분리제는, 강 열 감량(LOI: Loss on Ignition)이 0.76% 이하이고, 불순물로 포함된 SO_3 및 Cl의 함량이 0.006 중량% 이하가 될 수 있다.

또 다른 예로, 상기 소둔 분리제는, 상기 제1 MgO 입자, 상기 제2 MgO 입자, 및 상기 제3 MgO 입자의 혼합물일 수 있다. 이 경우, 상기 소둔

20 분리제의 총량 100 중량%에 대해, 상기 제1 MgO 입자는 50 내지 80 중량% 포함되고, 상기 제2 MgO 입자는 20 내지 40 중량% 포함되고, 상기 제3 MgO 입자는 잔부로 포함될 수 있다. 이러한 조성을 만족할 때, 상기 소둔 분리제는, 강 열 감량(LOI: Loss on Ignition)이 0.73% 이하이고, 불순물로 포함된 SO_3 및 Cl의 함량이 0.008 중량% 이하가 될 수 있다.

25 앞서 예시한 두 경우 모두, 전술한 제1 MgO 입자, 제2 MgO 입자, 및 제3 MgO 입자를 적절히 조합한 소둔 분리제를 사용함으로써, 강 열 감량과 불순물 함량을 낮춘 것이다. 이는, 전폭 및 전장에 걸쳐서 균일한 베이스 코팅을 형성하기 위한 것이다.

구체적으로, 강 열 감량을 0.8% 이하, 예를 들어 0.76% 이하, 또는

30 0.73% 이하로 낮게 유지함으로써, 사상 소둔 공정에서 코일의 수분

배출량을 최소화하고, 추가 산화 및 추가 질화를 억제하여, 베이스 코팅을 균일하게 형성할 뿐만 아니라, 인히비터 소실을 낮추어 최종 제품의 자기 특성을 개선하는 이점이 있다.

아울러, SO_3 와 Cl의 총량을 0.01 중량% 미만, 예를 들어 0.008 중량% 이하, 또는 0.006 중량% 이하로 낮게 유지함으로써, 불균일한 베이스 코팅을 유발하는 원인을 최소화한다.

다만, 강 열 감량, 수화수분 등이 낮은 저활성 MgO 입자를 소둔 분리제로 사용하면, 반응성이 부족하기 때문에, 균일하고 충분한 베이스 코팅 두께를 얻는 것이 곤란하다. 그 결과, 강판의 추가 산화나 추가 질화 등이 초래되어, 베이스 코팅의 금속 반점, 변색 등의 결함이 유발될 수 있다.

본 발명의 일 구현예에서는, 용점이 900°C 이하인 저융점 입자 중 적어도 1종 이상을 첨가제로 사용함으로써, 전술한 저활성 MgO 입자를 소둔 분리제로 사용함에 따른 결함을 억제할 수 있다.

상기 저융점 입자는, Sr, Ni, Cu, Cr, Bi, Co, Ca, Zr, Mg, 및 Mn 중에서 선택되는 금속의 화합물이 포함된 것일 수 있다. 구체적으로, 상기 저융점 입자는, 상기 금속의 화합물이 포함된 것이므로, 상기 금속의 화합물이 포함된 수화물로 이루어진 것일 수도 있다. 아울러, 상기 저융점 입자의 입경은 $1.0\ \mu\text{m}$ 이하이고, 상기 분산매 내 콜로이드 상으로 분산될 수 있다. 즉, 상기 입경 범위를 만족하는 저융점 입자와 상기 분산매를 포함하는 첨가제 조성물은 콜로이드 상이 된다.

일반적인 경우, 상기 저융점 입자를 첨가제로 사용하지 않기 때문에, 베이스 코팅의 형성이 개시되는 온도가 900 내지 950°C 로 알려져 있다. 이 때문에, 베이스 코팅 형성 과정에서, 강판 성분이나 사상 소둔 조건에 따라 추가 산화나 추가 질화가 유발되어, 코일의 외권부나 에지부에 결함이 발생하는 문제점이 지적된다.

그런데 상기 저융점 입자를 첨가제로 사용할 경우, 탈탄 소둔된 강판의 표면에 형성된 산화막과, 소둔 분리제인 MgO 입자의 반응성이 향상된다. 이러한 의미에서, 상기 저융점 입자는 반응 촉진용 첨가제로 볼 수 있다.

구체적으로, 본 발명에 사용된 소둔분리제와 동시에, 용점 900°C이하의 반응촉진용 첨가제를 적용함에 따라, 이하의 2가지 효과를 얻을 수 있다.

5 1) 우선, 수화 수분량이 적은 소둔 분리제를 사용함으로써, 사상 소둔 시 배출되는 수분에 의한 코일 내 국부적인 추가 산화 현상이 적어진다. 다만, 탈탄 소둔된 강판의 산화막이 환원되는 부반응을 방지하기 위해, 상기 첨가제를 사용한다.

 상기 첨가제는, 탈탄 소둔된 강판의 산화막 표면에 치밀한 용융층을 형성함으로써, 그 하부에 위치하는 산화막을 보호하는 역할을 한다. 이러한 10 용융층에 의해, 추가적인 산화나 질화를 억제하는 효과가 있다.

 이에 따라, 강 열 감량과 불순물 함량이 매우 적은 소둔 분리제를 사용하였음에도 불구하고, 결함이 발생하지 않고, 전장 및 전폭에 걸쳐서 매우 우수한 베이스코팅을 얻을 수 있다.

 2) 또한, 이처럼 형성된 치밀한 용융층은, 소둔 분리제와 산화막이 15 900°C보다 낮은 온도에서 반응할 수 있게끔 함으로써 베이스 코팅이 형성되기 시작하는 온도를 낮출 수 있다. 낮은 온도에서 형성된 베이스 코팅에 의해, 강판 내 탈 인히비터가 억제되어, 자기특성도 개선되는 효과를 얻을 수 있다.

 한편, 상기 소둔 분리제 100 중량부를 기준으로, 상기 첨가제는 0.33 20 내지 1.05 중량부 포함되고, 상기 분산매는 2.64 내지 103.95 중량부 포함되고, 상기 용매는 잔부로 포함될 수 있다.

 상기 첨가제가 0.33 중량부 미만일 경우, 베이스 코팅 형성을 촉진하는 효과가 미미하다. 그에 반면, 상기 첨가제가 1.05 중량부를 초과하면, 코일 중량 및 사상 소둔 시 분위기에 따라, 오히려 첨가제의 25 효과가 과잉으로 발생하여 국부적인 금속 광택 반점 등의 결함이 발생할 수 있다.

 상기 첨가제는, 상기 첨가제 및 상기 분산매를 포함하는 첨가제 조성물의 총량 100 중량%에 대해, 1 내지 20 중량%로 포함되어, 콜로이드 상을 형성할 수 있다. 상기 분산매의 중량부 범위는, 이를 고려한 것이다.

30 본 발명의 다른 일 구현예에서는, 본 발명의 다른 일 구현예에서는,

제 제1 MgO 입자, 제2 MgO 입자, 제3 MgO 입자, 또는 이들의 조합을 포함하는, 소둔 분리제; 첨가제 및 분산매를 포함하는, 첨가제 조성물; 및 용매;를 혼합하여, 혼합물을 제조하는 단계; 및 상기 혼합물을 교반하는 단계;를 포함하는 소둔 분리제 조성물의 제조 방법을 제공한다.

- 5 여기서, 상기 제1 MgO 입자, 상기 제2 MgO 입자, 상기 제2 MgO 입자, 및 상기 첨가제에 관한 설명은 전술한 바와 같다.

상기 혼합 시, 믹싱 탱크(Mixing Tank) 내 상기 첨가제 조성물 및 상기 소둔 분리제 중 어떠한 물질을 먼저 투입하는지는 관계 없다.

- 10 다만, 상기 혼합물을 교반하는 단계;는, 1500 내지 2000 rpm 의 속도 범위로, 10 분 이상 수행되는 것일 수 있다. 이를 만족할 때, 소둔 분리제가 충분히 분산되어, 강판 표면에 도포 시 부착성이 우수할 수 있다. 한편, 교반 시 사용되는 믹서(Mixer)는, 통상의 탱크 내에 교반 플로펠러가 설치되어 있는 것이라면, 특별히 한정되지 않는다.

- 15 한편, 상기 제1 MgO 입자, 제2 MgO 입자, 제3 MgO 입자, 또는 이들의 조합을 첨가제 조성물과 혼합하는 단계; 이전에, 상기 제1 MgO 입자, 상기 제2 MgO 입자, 상기 제3 MgO 입자 중 하나 이상의 입자를 제조하여 사용할 수 있다. 이때, 상기 제1 MgO 입자, 상기 제2 MgO 입자, 및 상기 제3 MgO 입자 각각의 제조 공정 및 그에 따른 물성은 전술한 바와 같다.

- 20 본 발명의 또 다른 일 구현예에서는, 전술한 소둔 분리제 조성물을 사용하여 방향성 전기강판을 제조하는 방법을 제공한다.

- 구체적으로, 강 슬라브를 준비하는 단계; 상기 강 슬라브를 가열하는 단계; 상기 가열된 강 슬라브를 열간 압연하여, 열연판을 제조하는 단계; 상기 열연판을 냉간 압연하여, 냉연판을 제조하는 단계; 상기 냉연판을 탈탄 소둔하는 단계; 상기 탈탄 소둔된 강판의 표면 상에, 소둔 분리제 조성물을 도포하는 단계; 및 상기 소둔 분리제 조성물이 도포된 강판을 사상 소둔하는 단계;를 포함하는 일련의 공정이며, 이러한 공정에서 사용하는 소둔 분리제 조성물은 전술한 것과 같다.
- 25

- 상기 냉연판을 탈탄 소둔하는 단계;는, 암모니아, 수소, 및 질소의 혼합 기체로 이루어진 습윤 분위기 하에서, 로(furnace) 내 온도를 800 내지 950 °C 정도로 설정하여 수행되는 것이 일반적이다. 지나치게 낮은
- 30

온도에서는 탈탄 소둔이 잘 이루어지지 않을 뿐만 아니라 결정립이 미세한 상태로 유지되어 고온 소둔 시 바람직하지 못한 방위로 결정이 성장될 우려가 있으며, 반대로 너무 높은 온도에서는 1차 재결정된 결정립이 과도하게 성장될 우려가 있기 때문이다.

- 5 상기와 같은 분위기로 제어된 로(furnace)에 강판이 통과되면서, 강판 내 산소 친화도가 가장 높은 성분인 실리콘(Si)이 산소와 반응하여, 강판의 표면에 SiO_2 이 형성된다. 점차 산소가 강판 내로 침투하면, Fe계 산화물이 더 형성된다.

10 즉, 탈탄 소둔 공정에서는 필연적으로 강판의 표면에 상기 SiO_2 및 상기 Fe계 산화물을 포함하는 산화막이 형성되는 것이다.

15 상기 상기 탈탄 소둔된 강판의 표면 상에, 소둔 분리제 조성물을 도포하는 단계; 및 상기 소둔 분리제 조성물이 도포된 강판을 사상 소둔하는 단계;에서, 상기 소둔 분리제 조성물로 전술한 것을 사용하면, 베이스 코팅을 균일하게 형성되고 자기적 특성이 우수한 최종 제품을 얻을 수 있다.

 보다 구체적으로, 상기 소둔 분리제 조성물이 도포된 강판을 사상 소둔하는 단계;는, 1150 내지 1230 °C의 온도 범위에서, 15 내지 30 시간 동안 수행될 수 있다.

20 한편, 상기 강 슬라브는, Si: 2.5 내지 4.0 중량%, C: 0.040 내지 0.100 중량%, 및 Mn: 0.05 내지 0.20 중량%, N: 0.01 중량% 이하(단, 0 중량% 제외), S: 0.008 중량% 이하(단, 0 중량% 제외), 및 Al: 0.015 내지 0.04 중량%을 포함하고, 잔부로는 Fe 및 기타 불가피한 불순물을 포함하는 것을 사용할 수 있다.

25 여기서, 기타 불가피한 불순물 중 P: 0.01 내지 0.075 중량%, 및 Sn: 0.02 내지 0.08 중량%을 포함할 수 있으나, 이에 제한되지 않는다.

 이하, 본 발명의 바람직한 실시예, 이에 대비되는 비교예, 및 이들의 평가예를 기재한다. 그러나 하기 실시예는 본 발명의 바람직한 일 실시예일뿐 본 발명이 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.

30 **제조예: 해수 마그네시아 입자 및 전용 마그네시아 입자의 제조**
 해수로부터 Mg 이온을 추출한 뒤, 상기 추출된 Mg 이온을 Ca(OH)_2 과

반응시켜, $Mg(OH)_2$ 를 제조한 다음, 상기 제조된 $Mg(OH)_2$ 를 소성하여, 해수 마그네시아 입자를 제조하고, 이를 제1 MgO 입자로 사용하였다.

이와 독립적으로, 위 방법으로 제조된 해수 마그네시아 입자를 용융시켜, 용융 마그네시아 입자를 제조하고, 이를 각각 제2 MgO 입자 및
5 제3 MgO 입자로 사용하였다.

이때, 상기 제1 MgO 입자, 상기 제2 MgO 입자 및 상기 제3 MgO 입자의 입경과 순도가 다양하게 제조하였다.

아울러, 입경은 Laser 회절법에 의한 측정 값이다.

평가예 1: MgO 입자의 입경에 따른 효과 평가

10 중량%로, C: 0.050, Si: 3.33, Mn: 0.100, Al: 0.028를 기본으로 하고, 나머지가 Fe 및 기타 불가피하게 혼입되는 불순물을 포함하는 강 슬라브를 열간 압연 및 냉간 압연하는 일련의 공정을 통해 최종 두께 0.23 mm의 냉연판을 제조하였다.

이후, 연속 소둔 라인에서, 상기 냉연판을 850 °C의 온도에서 130
15 초간 탈탄 소둔하였다. 이때 탈탄 소둔된 강판 표면의 산화막 내 산소량은 890 ppm이었다.

이어서, 해수 마그네시아인 제1 MgO 입자, 전용 마그네시아인 제2 MgO 입자(평균 입경: 330 μm)을 표 1에 나타낸 A1 내지 A7 조성으로 각각 혼합하고, TiO_2 8중량부를 첨가한 뒤, 용매를 첨가하여 수온 8°C의 믹싱
20 탱크(Mixing Tank) 내에서, 일반적인 프로펠러상 교반 장치를 이용하여 1800 rpm의 교반 속도로 15분 동안 교반하였다.

이렇게 제조된 소둔 분리제 조성물을, 롤 코터를 이용해 상기 탈탄 소둔된 강판 표면에 도포하고 건조한 후 코일로 권취했다. 이때, 건조 후의 중량 기준으로, 상기 소둔 분리제 조성물은 한쪽 면당 6.0g/m²이 되도록
25 도포한 것이다.

상기 소둔 분리제 조성물이 도포된 강판을 1200 °C 에서 20 시간 동안 사상 소둔한 후, 연속 라인에서 절연 피막 조성물을 도포한 후, 850°C에서 소둔 처리하였다.

상기 절연 피막 조성물으로는, 당업계에서 일반적으로 사용되는
30 조성물로서, 인산 알루미늄과 콜로이달 실리카를 주성분으로 하는 용액을

사용하였다.

표 1의 각 경우에 형성된 베이스 코팅 외관 특성과 밀착성, 자기 특성을 표 2에 나타냈다.

【표 1】

소둔 분리제 조성물 배합 조건			최종 소둔 분리제 조성물 물성		
	소둔 분리제		제1 MgO 입자의 입경 (μm)	강 열 감량 (%)	SO ₃ , Cl량 (%)
	제1 MgO 입자	제2 MgO 입자			
A1	순도 99.2 %, 50 중량부	순도 99.0 %, 50 중량부	65	0.32	0.002
A2	순도 99.2 %, 65 중량부	순도 99.0 %, 35 중량부	65	0.45	0.004
A3	순도 99.2 %, 70 중량부	순도 99.3 %, 30 중량부	65	0.55	0.005
A4	순도 99.6 %, 60 중량부	순도 99.3 %, 40 중량부	72	0.58	0.006
A5	순도 99.6 %, 80 중량부	순도 99.5 %, 20 중량부	72	0.76	0.005
A6	순도 98.1 %, 60 중량부	순도 99.3 %, 40 중량부	48	1.35	0.32
A7	순도 99.5 %, 65 중량부	순도 99.5 %, 35 중량부	147	1.02	0.080

5

【표 2】

	베이스 코팅 외관	밀착성	자기특성	
			B8(T)	W17/50(W/kg)
A1	균일하고 양호, 광택있으나 다소 밝은 색을 띠	○	1.91	0.83

A2	매우 균일하고 양호, 검은 회색을 띄며 광택있음	○	1.92	0.80
A3	매우 균일하고 양호, 검은 회색을 띄며 광택있음	○	1.92	0.81
A4	거의 균일하고 양호, 다소 거무스름함, 광택있음	○	1.92	0.82
A5	균일하고 양호하며 광택있음	○	1.91	0.83
A6	피막이 얇고 에지부에 가스마크상 얼룩 발생	X-△	1.87	0.94
A7	피막이 매우 얇고, 에지부에 스케일상 결함	X	1.89	0.90

주) 밀착성: 절연피막 처리 후 20mmφ 굽힘 시험 결과에 대해, 당업계에서 일반적으로 판단하는 기준으로, 매우 좋음(◎), 좋음(○), 보통(△), 나쁨(x)을 표시한 것임

5 A1 내지 A5의 경우, 평균 입경이 65 내지 72 μm이며 순도가 99.0 내지 99.5 %인 해수 마그네시아 입자(제1 MgO 입자)를 50 내지 80 중량부, 평균 입경이 330 μm이며 순도가 99.0 내지 99.5 %인 용융 마그네시아 입자(제2 MgO 입자)를 20 내지 50 중량부 사용하고, 이들의 혼합물이 총 100 중량부가 되도록 하여, 용매로 슬러리 상을 조정한 조성물을
10 사용하였다.

 최종 조성물의 강 열 감량(LOI: Loss on Ignition), 그리고 최종 조성물의 불순물로 포함된 SO₃ 및 Cl의 함량은, 각각 당업계에 일반적으로 알려진 방법에 따라 측정된 값이다.

 표 1 및 2 따르면, A1 내지 A5의 입경, 순도, 및 조성 조건을
15 만족함으로써, 강 열 감량(LOI: Loss on Ignition)이 0.76% 이하이고, 불순물로 포함된 SO₃ 및 Cl의 함량이 0.006 중량% 이하인 조성물이 되어, 이를 사용하여 제조된 강판의 베이스 코팅 외관, 밀착성, 및 자기 특성이 두루 우수하게 발현되는 것을 확인할 수 있다.

 특히, A2 및 A3은 강 열 감량과 불순물 함량이 매우 낮아, 코일 전장
20 및 전폭에 걸쳐서 베이스 코팅의 외관 품질이 매우 균일하고 양호하며, 자기 특성도 매우 우수한 것을 확인하였다.

 그에 반면, A1 내지 A5의 입경, 순도, 및 조성 조건을 만족하지 않는 A6 및 A7는, 강 열 감량이 0.76% 초과이고, 불순물로 포함된 SO₃ 및 Cl의 함량이 0.006 중량% 초과인 조성물이 되어, 코일 전장 및 폭방향으로

베이스 코팅의 외관 품질이 불균일하면서 밀착성도 불량하였다. 또한, 이러한 경우에는 어느 경우에서도 코일 내권부에 자기특성 열위현상이 발생하였다.

따라서, A6 및 A7은 본 발명의 비교예가 되고, A1 내지 A5는 본 발명의 실시예로 활용될 수 있다. 후술하겠지만, A1 내지 A5의 조성물에 첨가제 조성물을 더 첨가하면, 본 발명의 실시예가 될 수 있다.

평가예 2: MgO 입자의 혼합 조성에 따른 효과 평가

중량%로, C: 0.055, Si: 3.32, Mn: 0.095, S: 0.005, Al: 0.027, 및 N: 0.005을 포함하고, 나머지가 Fe 및 기타 불가피하게 혼입되는 불순물을 포함하는 강 슬라브를 열간 압연 및 냉간 압연하는 일련의 공정을 통해 최종 두께 0.27 mm의 냉연판을 제조하였다.

이후, 연속 소둔 라인에서, $N_2 + H_2$ 분위기 중에서 산화도를 조정하면서, 상기 냉연판을 850 °C의 온도에서 150 초간 탈탄 소둔하였다. 이때 탈탄 소둔된 강판 표면의 산화막 내 산소량은 870 ppm이었다.

이어서, 해수 마그네시아인 제1 MgO 입자(평균 입경: 68 μm), 전용 마그네시아인 제2 MgO 입자(평균 입경: 350 μm) 및 제3 MgO 입자(평균 입경: 480 μm)이고, 각각 표 3과 같이 순도가 다른 것을 B1 내지 B10 조성으로 각각 혼합하고, TiO_2 8중량부를 첨가한 뒤, 용매를 첨가하여 수온 8°C의 믹싱 탱크(Mixing Tank) 내에서 일반적인 프로펠러상 교반 장치를 이용하여 1800 rpm에서 15분 동안 교반하였다.

이렇게 제조된 소둔 분리제 조성물을, 롤 코터를 이용해 상기 탈탄 소둔된 강판 표면에 도포하고 건조한 후 20톤 코일로 권취했다. 이때, 건조 후의 중량 기준으로, 상기 소둔 분리제 조성물은 한쪽 면당 6.5g/m²이 되도록 도포한 것이다.

상기 소둔 분리제 조성물이 도포된 강판을 1200 °C 에서 20 시간 동안 사상 소둔한 후, 연속 라인에서 절연 피막 조성물을 도포한 후, 850°C에서 소둔 처리하였다.

상기 절연 피막 조성물으로는, 당업계에서 일반적으로 사용되는 조성물로서, 인산 알루미늄과 콜로이드 실리카를 주성분으로 하는 용액을 사용하였다.

표 3의 각 경우에 형성된 베이스 코팅 외관 특성과 밀착성, 자기 특성을 표 4에 나타냈다.

【표 3】

	소둔 분리제 조성물 배합 조건			최종 소둔 분리제 조성물 물성	
	소둔 분리제			강 열 감량 (%)	SO ₃ , Cl량 (중량%)
	제1 MgO 입자	제2 MgO 입자	제3 MgO 입자		
B1	순도 99.5 %, 50 중량부	순도 99.0 %, 35 중량부	순도 99.8 %, 15 중량부	0.41	0.005
B2	순도 99.5 %, 70 중량부	순도 99.0 %, 20 중량부	순도 99.8 %, 10 중량부	0.68	0.008
B3	순도 99.5 %, 50 중량부	순도 99.3 %, 40 중량부	순도 99.8 %, 10 중량부	0.55	0.003
B4	순도 99.0 %, 60 중량부	순도 99.3 %, 30 중량부	순도 99.8 %, 10 중량부	0.73	0.005
B5	순도 99.0 %, 60 중량부	순도 99.5 %, 20 중량부	순도 99.8 %, 20 중량부	0.36	0.002
B6	순도 99.3 %, 80 중량부	순도 99.3 %, 20 중량부	-	0.72	0.005
B7	순도 99.0 %, 50 중량부	순도 99.5 %, 40 중량부	-	0.35	0.006
B8	순도 98.2 %, 50 중량부	순도 99.3 %, 30 중량부	순도 99.8 %, 20 중량부	1.24	0.10
B9	순도 99.3 %, 20 중량부	순도 99.5 %, 80 중량부	-	1.08	0.012
B10	순도 99.3 %, 100 중량부	-	-	1.54	0.40

【표 4】

	베이스 코팅 외관	밀착성	자기특성	
			B8(T)	W17/50(W/kg)
B1	균일하고 양호, 국부적으로 색상차이 있음	○	1.92	0.93
B2	매우 균일하고 양호하며 광택 있음	○	1.93	0.91
B3	다소 얇지만 균일하고 광택 있음	○	1.92	0.93
B4	균일하고 양호, 다소 거무스름함, 광택있음	○	1.93	0.92
B5	다소 밝은색을 띄지만, 균일하고 양호함	○	1.91	0.93
B6	매우 균일하고 양호, 광택있음	○	1.92	0.93
B7	균일하고 양호, 검은 회색을 띄며 광택있음	○	1.91	0.93
B8	에지부에 가스마크상의 얼룩과 광택없음	△	1.89	0.98
B9	피막이 매우 얇고, 에지부에 스케일상과 얼룩 발생	X	1.87	1.04
B10	스케일 결함이 많고 에지부에 검은얼룩성 결함발생	△	1.89	0.99

주) 밀착성: 절연피막 처리 후 20mmφ 굽힘 시험 결과에 대해, 당업계에서 일반적으로 판단하는 기준으로, 매우 좋음(◎), 좋음(○), 보통(△), 나쁨(x)을 표시한 것임

5

B1 내지 B5은 평균 입경이 68 μm이며 순도가 99.0 내지 99.5 %인 해수 마그네시아 입자(제1 MgO 입자)를 50 내지 70 중량부, 평균 입경이 350 μm이며 순도가 99.0 내지 99.5 %인 용융 마그네시아 입자(제2 MgO 입자)를 20 내지 50 중량부, 평균 입경이 480 μm이며 순도가 99.8 %인 용융 마그네시아 입자(제3 MgO 입자)를 사용하고, 이들의 혼합물이 총 100 중량부가 되도록 하여, 용매로 슬러리 상을 조정한 조성물을 사용하였다.

10

또한, B6 및 B7은 제3 MgO 입자 사용하지 않되, 제1 MgO 입자를 50 내지 80 중량부, 제2 MgO 입자를 20 내지 50 중량부 사용하고, 이들의 혼합물이 총 100 중량부가 되도록 하여, 용매로 슬러리 상을 조정한 조성물을 사용하였다.

15

최종 조성물의 강 열 감량(LOI: Loss on Ignition), 그리고 최종

조성물의 불순물로 포함된 SO_3 및 Cl의 함량은, 각각 당업계에 일반적으로 알려진 방법에 따라 측정된 값이다.

표 3 및 4 따르면, 해수 마그네시아 입자, 그리고 입경이 서로 다른 용융 마그네시아 입자 2종 중 1종 이상을 B1 내지 B7 조성 범위로 적절히 배합함으로써, 강 열 감량(LOI: Loss on Ignition)이 0.72% 이하이고, 불순물로 포함된 SO_3 및 Cl의 함량이 0.008 중량% 이하인 조성물이 되어, 이를 사용하여 제조된 강판의 베이스 코팅 외관, 밀착성, 및 자기 특성이 두루 우수하게 발현되는 것을 확인할 수 있다.

그에 반면, B1 내지 B7 조성 조건을 만족하지 않는 B8 내지 B10은, 강 열 감량이 0.72% 초과이고, 불순물로 포함된 SO_3 및 Cl의 함량이 0.008 중량% 초과인 조성물이 되어, 코일 전장에 걸쳐서 스케일성 결함과 에지부에 색상편차 결함이 발생하였다.

따라서, B8 내지 B10 은 본 발명의 비교예가 되고, B1 내지 B7는 본 발명의 실시예로 활용될 수 있다. 후술하겠지만, B1 내지 B7의 조성물에 첨가제 조성물을 더 첨가하면, 본 발명의 실시예가 될 수 있다.

평가예 3: 첨가제에 따른 효과 평가

중량%로, C: 0.054, Si: 3.30, Mn: 0.085, 및 Al: 0.029을 포함하고, 나머지가 Fe 및 기타 불가피하게 혼입되는 불순물을 포함하는 강 슬라브를 열간 압연 및 냉간 압연하는 일련의 공정을 통해 최종 두께 0.23 mm의 냉연판을 제조하였다.

이후, 연속 소둔 라인에서, 상기 냉연판을 850 °C의 온도에서 140 초간 탈탄 소둔하였다. 이때 탈탄 소둔된 강판 표면의 산화막 내 산소량은 940 ppm이었다.

이어서, 평가예 1에서 사용된 A2 조성에, 표 5의 첨가제 조성물을 각각 혼합하고, 수온 8°C의 믹싱 탱크(Mixing Tank) 내에서 일반적인 프로펠러상 교반 장치를 이용하여 2000 rpm에서 10분 동안 교반하였다.

여기서, 표 5의 첨가제 조성물은, 각각의 조성을 만족하도록 배합한 뒤, 일반적인 초음파 분쇄 장치를 이용하여 1차적으로 첨가제를 분쇄한 이후에 분산매를 첨가하고 일반적인 프로펠러상 교반장치를 이용하여 2000 rpm에서 5분 동안 교반한 것이다.

이렇게 제조된 소둔 분리제 조성물을, 롤 코터를 이용해 상기 탈탄 소둔된 강판 표면에 도포하고 건조한 후 20톤 코일로 권취했다. 이때, 건조 후의 중량 기준으로, 상기 소둔 분리제 조성물은 한쪽 면당 6.0g/m²이 되도록 도포한 것이다.

- 5 상기 소둔 분리제 조성물이 도포된 강판을 1200 °C 에서 20 시간 동안 사상 소둔한 후, 연속 라인에서 절연 피막 조성물을 도포한 후, 850°C에서 소둔 처리하였다.

- 10 상기 절연 피막 조성물으로는, 당업계에서 일반적으로 사용되는 조성물로서, 인산 알루미늄과 콜로이달 실리카를 주성분으로 하는 용액을 사용하였다.

표 5의 각 경우에 형성된 베이스 코팅 외관 특성과 밀착성, 자기 특성을 표 6에 나타냈다.

【표 5】

	첨가제 조성물 배합 조건 (소둔 분리제 100 중량부 기준)			최종 소둔 분리제 조성물 물성	
	반응 촉진용 첨가제			강 열 감량 (%)	SO ₃ , Cl 함량 (중량 %)
	수산화물 및/혹은 산화물	염소화합물	황화합물, 질소화합물 및/혹은 인화합물		
C1	-	-	-	0.41	0.005
C2	Ca(OH) ₂ 0.5 중량부	CoCl ₂ ·6H ₂ O 0.02 중량부	-	0.68	0.008
C3	Ca(OH) ₂ 0.5 중량부	CoCl ₂ ·6H ₂ O 0.02 중량부	NiSO ₄ ·6H ₂ O 0.05 중량부	0.55	0.003
C4	Cr ₂ O ₃ 0.2 중량부	SnCl ₂ 0.05 중량부	NiSO ₄ ·6H ₂ O 0.08 중량부	0.73	0.005
C5	Cr ₂ O ₃ 0.5 중량부	NiCl ₂ ·6H ₂ O 0.04 중량부	-	0.36	0.002

C6	MnO 0.5 중량부	NiCl ₂ ·6H ₂ O 0.04 중량부	Ca(H ₂ PO ₄) ₂ 0.06 중량부	0.72	0.005
C7	Mg(OH) ₂ 0.5 중량부	MnCl ₂ 0.05 중량부	Ca(H ₂ PO ₄) ₂ 0.10 중량부	0.35	0.006
C8	Mg(OH) ₂ 1.5 중량부	NiCl ₂ ·6H ₂ O 0.40 중량부	-	1.08	0.12
C9	Mg(OH) ₂ 0.8 중량부	NiCl ₂ ·6H ₂ O 0.5 중량부	NiSO ₄ ·6H ₂ O 0.25 중량부	1.54	0.40

【표 6】

	베이스 코팅 외관	밀착성	자기특성	
			B8(T)	W17/50(W/kg)
C1	균일하고 양호, 다소 하얗게 보이지만, 광택있음	○	1.92	0.82
C2	매우 균일하고 양호, 검은회색을 띄며, 광택있음	○	1.94	0.78
C3	매우 균일하고 양호, 검은회색을 띄며, 광택있음	○	1.94	0.79
C4	균일하고 양호, 다소 검은 회색을 띄	○	1.93	0.81
C5	균일하고 양호, 검은 회색을 띄며 광택있음	○	1.92	0.82
C6	매우 균일하고 양호, 다소 검은회색을 띄며 광택있음	○	1.93	0.82
C7	검은 회색을 띄며 균일하고 매우 양호, 광택있음	○	1.94	0.77
C8	에지부 스케일성 가스마크와 얼룩 있음	X~△	1.89	0.88
C9	전폭에 스케일성 결함 다량 발생하고 검은 얼룩 결함	X	1.87	0.94

5 C1은 평가예 1에서 사용된 A2 조성과 동일하며, 여기에 C2 내지 C7와 같이 첨가제 조성물을 첨가한 경우 최종 소둔 분리제 조성물의 강열감량이 0.8%이하임을 확인할 수 있다. 또한, 불순물로서 SO₃와 C1의 총량이 0.01%이하일 때, 자기특성이 우수해지는 것을 확인할 수 있다.

10 그러나, 평가예 2의 B10을 사용한 C9는 소둔 분리제의 조성이 본 발명의 일 구현예에 적합하지 않은 것인 바, 첨가제의 사용과 무관하게 강 열 감량과 불순물 함량이 높고, 베이스 코팅 외관, 밀착성, 자기특성 등이

열위한 것을 확인할 수 있다.

아울러, 첨가제를 사용하더라도 그 사용량이 지나치게 많은 C10은, 오히려 강 열 감량과 불순물 함량이 높고, 베이스 코팅 외관, 밀착성, 자기특성 등이 열위한 것을 확인할 수 있다.

- 5 따라서, C1, C9 및 C10 은 본 발명의 비교예가 되고, C2 내지 C7는 본 발명의 실시예로 평가된다.

- 10 나아가, 해수 마그네시아 입자, 전용 마그네시아 입자의 각 입경 및 순도, 이들의 배합비, 그리고 첨가제의 사용 여부 및 그 사용량 등을 적절히 제어함으로써, 최종 소둔 분리제 조성물의 강 열 감량과 불순물 함량을 낮추고, 강판의 자기 특성을 향상시킬 수 있음을 종합적으로 평가할 수 있다.

- 15 본 발명은 상기 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 제조될 수 있으며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다.

【청구범위】**【청구항 1】**

제1 MgO 입자, 제2 MgO 입자, 제3 MgO 입자, 또는 이들의 조합을 포함하는, 소둔 분리제;

- 5 첨가제 및 분산매를 포함하는, 첨가제 조성물; 및 용매;

를 포함하며,

상기 제1 MgO 입자는, 평균 입경이 100 μm 이하(단, 0 μm 제외)인 것이고,

- 10 상기 제2 MgO 입자 및 상기 제3 MgO 입자는 각각, 평균 입경이 100 μm 이상인 것이고,

상기 첨가제는, 용점이 900°C이하인 저융점 입자 중 적어도 1종 이상을 포함하는 것인,

소둔 분리제 조성물.

【청구항 2】

- 15 제1항에 있어서,

상기 제1 MgO 입자는,

해수 마그네시아 입자인 것인,

소둔 분리제 조성물.

【청구항 3】

- 20 제2항에 있어서,

상기 제1 MgO 입자는,

평균 입경이 65 내지 72 μm 인 것인,

소둔 분리제 조성물.

【청구항 4】

- 25 제3항에 있어서,

상기 제1 MgO 입자는,

순도가 99.0 내지 99.5 %인 것인,

소둔 분리제 조성물.

【청구항 5】

- 30 제4항에 있어서,

상기 제2 MgO 입자 및 상기 제3 MgO 입자는 각각,
전용 마그네시아 입자인 것인,
소둔 분리제 조성물.

【청구항 6】

- 5 제5항에 있어서,
상기 제2 MgO 입자는,
평균 입경이 330 내지 350 μm 인 것인,
소둔 분리제 조성물.

【청구항 7】

- 10 제6항에 있어서,
상기 제2 MgO 입자는,
순도가 99.0 내지 99.5 %인 것인,
소둔 분리제 조성물.

【청구항 8】

- 15 제5항에 있어서,
상기 제3 MgO 입자는,
평균 입경이 480 μm 이상인 것인,
소둔 분리제 조성물.

【청구항 9】

- 20 제8항에 있어서,
상기 제3 MgO 입자는,
순도가 99.8 % 이상인 것인,
소둔 분리제 조성물.

【청구항 10】

- 25 제1항에 있어서,
상기 소둔 분리제는,
상기 제1 MgO 입자 및 상기 제2 MgO 입자의 혼합물인 것인,
소둔 분리제 조성물.

【청구항 11】

- 30 제10항에 있어서,

상기 소둔 분리제의 총량 100 중량%에 대해,
 상기 제1 MgO 입자는 50 내지 80 중량% 포함되고, 상기 제2 MgO 입자는
 잔부로 포함되는 것인,
 소둔 분리제 조성물.

5 **【청구항 12】**

제11항에 있어서,
 상기 소둔 분리제는,
 강 열 감량(LOI: Loss on Ignition)이 0.76% 이하인 것인,
 소둔 분리제 조성물.

10 **【청구항 13】**

제11항에 있어서,
 상기 소둔 분리제는,
 불순물로 포함된 SO₃ 및 Cl의 함량이 0.006 중량% 이하인 것인,
 소둔 분리제 조성물.

15 **【청구항 14】**

제1항에 있어서,
 상기 소둔 분리제는,
 상기 제1 MgO 입자, 상기 제2 MgO 입자, 및 상기 제3 MgO 입자의 혼합물인
 것인,

20 소둔 분리제 조성물.

【청구항 15】

제1항에 있어서,
 상기 소둔 분리제의 총량 100 중량%에 대해,
 상기 제1 MgO 입자는 50 내지 80 중량% 포함되고, 상기 제2 MgO 입자는 20
 25 내지 40 중량% 포함되고, 상기 제3 MgO 입자는 잔부로 포함되는 것인,
 소둔 분리제 조성물.

【청구항 16】

제15항에 있어서,
 상기 소둔 분리제는,
 30 강 열 감량(LOI: Loss on Ignition)이 0.73% 이하인 것인,

소둔 분리제 조성물.

【청구항 17】

- 제11항에 있어서,
 상기 소둔 분리제는,
 5 불순물로 포함된 SO_3 및 Cl의 함량이 0.008 중량% 이하인 것인,
 소둔 분리제 조성물.

【청구항 18】

- 제1항에 있어서,
 상기 저융점 입자는,
 10 Sr, Ni, Cu, Cr, Bi, Co, Ca, Zr, Mg, 및 Mn 중에서 선택되는 금속의
 화합물이 포함된 것인,
 소둔 분리제 조성물.

【청구항 19】

- 제18항에 있어서,
 15 상기 저융점 입자는,
 입경이 $1.0 \mu\text{m}$ 이하인 것인,
 소둔 분리제 조성물.

【청구항 20】

- 제19항에 있어서,
 20 상기 저융점 입자는,
 상기 분산매 내 콜로이드 상으로 분산되는 것인,
 소둔 분리제 조성물.

【청구항 21】

- 제1항에 있어서,
 25 상기 소둔 분리제 100 중량부를 기준으로, 상기 첨가제는 0.33 내지 1.05
 중량부 포함되고, 상기 분산매는 2.64 내지 103.95 중량부 포함되고, 상기
 용매는 잔부로 포함되는 것인,
 소둔 분리제 조성물.

【청구항 22】

- 30 제1 MgO 입자, 제2 MgO 입자, 제3 MgO 입자, 또는 이들의 조합을

포함하는, 소둔 분리제; 첨가제 및 분산매를 포함하는, 첨가제 조성물; 및 용매;를 혼합하여, 혼합물을 제조하는 단계; 및 상기 혼합물을 교반하는 단계;를 포함하며,

- 5 상기 제1 MgO 입자는, 평균 입경이 $100 \mu\text{m}$ 이하(단, $0\mu\text{m}$ 제외)인 것이고, 상기 제2 MgO 입자 및 상기 제3 MgO 입자는 각각, 평균 입경이 $100 \mu\text{m}$ 이상인 것이고, 상기 첨가제는, 융점이 900°C 이하인 저융점 입자 중 적어도 1종 이상을 포함하는 것인,
- 10 소둔 분리제 조성물의 제조 방법.
【청구항 23】
 제22항에 있어서,
 상기 혼합물을 교반하는 단계;는,
 1500 내지 2000 rpm 의 속도 범위로 수행되는 것인,
- 15 소둔 분리제 조성물의 제조 방법.
【청구항 24】
 제22항에 있어서,
 상기 혼합물을 교반하는 단계;는,
 10 분 이상 수행되는 것인,
- 20 소둔 분리제 조성물의 제조 방법.
【청구항 25】
 제22항에 있어서,
 상기 혼합물을 제조하는 단계; 이전에,
 해수로부터 Mg 이온을 추출하는 단계;
- 25 상기 추출된 Mg 이온을 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 과 반응시켜, $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 를 제조하는 단계; 및 상기 제조된 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 를 1800°C 이상의 온도 범위에서 소성하여, 상기 제1 MgO 입자를 제조하는 단계;를 더 포함하는 것인,
 소둔 분리제 조성물의 제조 방법.
【청구항 26】
- 30 제22항에 있어서,

상기 혼합물을 제조하는 단계; 이전에,
 해수 마그네시아 입자를 2800 °C 이상의 온도 범위에서 용융하여, 상기 제2 MgO 입자 또는 상기 제3 MgO 입자를 제조하는 단계;를 더 포함하는 것인,
 소둔 분리제 조성물의 제조 방법.

5 【청구항 27】

- 강 슬라브를 준비하는 단계;
 상기 강 슬라브를 가열하는 단계;
 상기 가열된 강 슬라브를 열간 압연하여, 열연판을 제조하는 단계;
 상기 열연판을 냉간 압연하여, 냉연판을 제조하는 단계;
- 10 상기 냉연판을 탈탄 소둔하는 단계;
 상기 탈탄 소둔된 강판의 표면 상에, 소둔 분리제 조성물을 도포하는 단계;
 및
 상기 소둔 분리제 조성물이 도포된 강판을 사상 소둔하는 단계;
 를 포함하며,
- 15 상기 소둔 분리제 조성물은, 제1 MgO 입자, 제2 MgO 입자, 제3 MgO 입자,
 또는 이들의 조합을 포함하는, 소둔 분리제; 첨가제 및 분산매를 포함하는,
 첨가제 조성물; 및 용매;를 포함하며,
 상기 제1 MgO 입자는, 평균 입경이 100 μm 이하(단, 0 μm 제외)인 것이고,
 상기 제2 MgO 입자 및 상기 제3 MgO 입자는 각각, 평균 입경이 100
- 20 μm 이상인 것이고,
 상기 첨가제는, 융점이 900°C이하인 저융점 입자 중 적어도 1종 이상을
 포함하는 것인,
 방향성 전기강판의 제조 방법.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2017/004592

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C21D 8/12(2006.01)i, C22C 38/02(2006.01)i, C01F 5/02(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)

C21D 8/12; C23C 22/00; C21D 1/70; C01F 5/04; C23C 20/00; C23C 22/05; C01F 5/02; C21D 1/00; C23C 22/07; C22C 38/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
 Korean Utility models and applications for Utility models: IPC as above
 Japanese Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
 eKOMPASS (KIPO internal) & Keywords: annealing separator, dispersion medium, solvent, average particle size, seawater
 magnesia, electrofused magnesia, electrical steel sheet, loss on ignition and impurity

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	KR 10-0762436 B1 (POSCO) 02 October 2007 See paragraphs [0040]-[0042] and claims 1-7.	1-27
Y	KR 10-1155606 B1 (SAMHWA ELECTROMINERALS CO., LTD.) 13 June 2012 See paragraphs [0021]-[0023] and claims 1-4.	1-27
Y	KR 10-2016-0017896 A (POSCO) 17 February 2016 See claims 1, 5, 10, 17.	1-27
Y	JP 2001-303258 A (KAWASAKI STEEL CORP.) 31 October 2001 See claim 1.	12,16
A	KR 10-0157539 B1 (SHIN NIPPON SEITETSU KK.) 16 November 1998 See claims 1, 5.	1-27

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	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

10 JULY 2017 (10.07.2017)

Date of mailing of the international search report

10 JULY 2017 (10.07.2017)

Name and mailing address of the ISA/KR



Korean Intellectual Property Office
 Government Complex-Daejeon, 189 Seonsa-ro, Daejeon 302-701,
 Republic of Korea

Facsimile No. +82-42-481-8578

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2017/004592

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member	Publication date
KR 10-0762436 B1	02/10/2007	CN 101528950 A	09/09/2009
		CN 101528950 B	20/07/2011
		KR 10-0865316 B1	27/10/2008
		WO 2008-047999 A1	24/04/2008
KR 10-1155606 B1	13/06/2012	CN 103351011 A	16/10/2013
KR 10-2016-0017896 A	17/02/2016	KR 10-1596446 B1	07/03/2016
		WO 2016-021782 A1	11/02/2016
JP 2001-303258 A	31/10/2001	JP 03536775 B2	14/06/2004
KR 10-0157539 B1	16/11/1998	CN 1043056 C	21/04/1999
		CN 1065004 C	25/04/2001
		CN 1125773 A	03/07/1996
		CN 1171823 A	28/01/1998
		EP 0699771 A1	06/03/1996
		EP 0789093 A1	13/08/1997
		EP 0789093 A4	24/09/1997
		EP 0789093 B1	22/03/2000
		EP 0789093 B2	09/02/2005
		JP 02749783 B2	13/05/1998
		JP 02781524 B2	30/07/1998
		JP 03059338 B2	04/07/2000
		JP 03091088 B2	25/09/2000
		JP 03091096 B2	25/09/2000
		JP 03336547 B2	21/10/2002
		JP 07-310188 A	28/11/1995
		JP 08-035014 A	06/02/1996
		JP 08-143961 A	04/06/1996
		JP 08-143975 A	04/06/1996
		JP 08-143976 A	04/06/1996
		JP 08-165521 A	25/06/1996
JP 08-165525 A	25/06/1996		
KR 10-0245032 B1	02/03/2000		
US 5685920 A	11/11/1997		
US 5840131 A	24/11/1998		
WO 96-15291 A1	23/05/1996		

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))
C21D 8/12(2006.01)i, C22C 38/02(2006.01)i, C01F 5/02(2006.01)i

B. 조사된 분야
조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재)
C21D 8/12; C23C 22/00; C21D 1/70; C01F 5/04; C23C 20/00; C23C 22/05; C01F 5/02; C21D 1/00; C23C 22/07; C22C 38/02

조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌
한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC
일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우))
eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 소둔분리제, 분산매, 용매, 평균입경, 해수 마그네시아, 전염 마그네시아, 전기장판, 강 열 감량 및 불순물

C. 관련 문헌

카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
Y	KR 10-0762436 B1 (주식회사 포스코) 2007.10.02 단락 [0040]-[0042] 및 청구항 1-7 참조.	1-27
Y	KR 10-1155606 B1 (삼화화학공업주식회사) 2012.06.13 단락 [0021]-[0023] 및 청구항 1-4 참조.	1-27
Y	KR 10-2016-0017896 A (주식회사 포스코) 2016.02.17 청구항 1, 5, 10, 17 참조.	1-27
Y	JP 2001-303258 A (KAWASAKI STEEL CORP.) 2001.10.31 청구항 1 참조.	12, 16
A	KR 10-0157539 B1 (신니뿐세이테스 가부시끼가이샤) 1998.11.16 청구항 1, 5 참조.	1-27

추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다. 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.

* 인용된 문헌의 특별 카테고리:
 “A” 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌
 “E” 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌
 “L” 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌
 “O” 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌
 “P” 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌
 “T” 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌
 “X” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다.
 “Y” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다.
 “&” 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌

국제조사의 실제 완료일 2017년 07월 10일 (10.07.2017)	국제조사보고서 발송일 2017년 07월 10일 (10.07.2017)
--	---

ISA/KR의 명칭 및 우편주소 대한민국 특허청 (35208) 대전광역시 서구 청사로 189, 4동 (둔산동, 정부대전청사) 팩스 번호 +82-42-481-8578	심사관 한중섭 전화번호 +82-42-481-3578
---	------------------------------------

국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
KR 10-0762436 B1	2007/10/02	CN 101528950 A CN 101528950 B KR 10-0865316 B1 WO 2008-047999 A1	2009/09/09 2011/07/20 2008/10/27 2008/04/24
KR 10-1155606 B1	2012/06/13	CN 103351011 A	2013/10/16
KR 10-2016-0017896 A	2016/02/17	KR 10-1596446 B1 WO 2016-021782 A1	2016/03/07 2016/02/11
JP 2001-303258 A	2001/10/31	JP 03536775 B2	2004/06/14
KR 10-0157539 B1	1998/11/16	CN 1043056 C CN 1065004 C CN 1125773 A CN 1171823 A EP 0699771 A1 EP 0789093 A1 EP 0789093 A4 EP 0789093 B1 EP 0789093 B2 JP 02749783 B2 JP 02781524 B2 JP 03059338 B2 JP 03091088 B2 JP 03091096 B2 JP 03336547 B2 JP 07-310188 A JP 08-035014 A JP 08-143961 A JP 08-143975 A JP 08-143976 A JP 08-165521 A JP 08-165525 A KR 10-0245032 B1 US 5685920 A US 5840131 A WO 96-15291 A1	1999/04/21 2001/04/25 1996/07/03 1998/01/28 1996/03/06 1997/08/13 1997/09/24 2000/03/22 2005/02/09 1998/05/13 1998/07/30 2000/07/04 2000/09/25 2000/09/25 2002/10/21 1995/11/28 1996/02/06 1996/06/04 1996/06/04 1996/06/04 1996/06/25 1996/06/25 2000/03/02 1997/11/11 1998/11/24 1996/05/23