

(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
2017 年 10 月 5 日(05.10.2017)

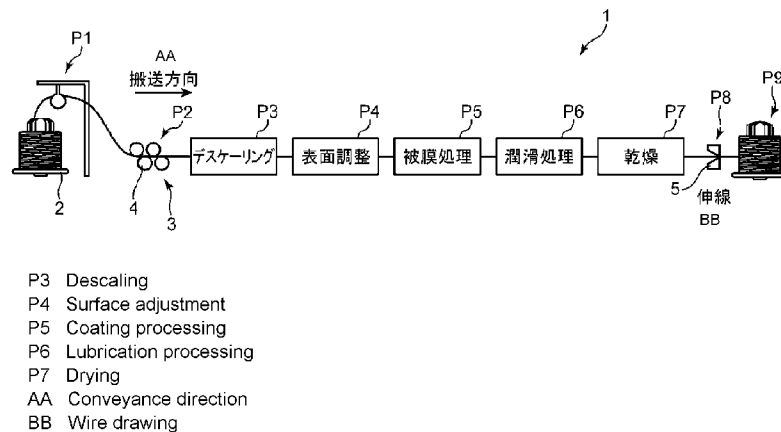


(10) 国際公開番号
WO 2017/170274 A1

- (51) 国際特許分類:
C23C 22/12 (2006.01) C23C 22/82 (2006.01)
B21C 9/00 (2006.01) C23C 28/00 (2006.01)
C23C 22/78 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2017/012158
- (22) 国際出願日: 2017 年 3 月 24 日(24.03.2017)
- (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 2016-070626 2016 年 3 月 31 日(31.03.2016) JP
特願 2016-163466 2016 年 8 月 24 日(24.08.2016) JP
- (71) 出願人: 株式会社神戸製鋼所(KABUSHIKI KAISHA KOBE SEIKO SHO (KOBELCO STEEL, LTD.))
[JP/JP]; 〒6518585 兵庫県神戸市中央区脇浜海岸通二丁目 2 番 4 号 Hyogo (JP).
- (72) 発明者: ドック ファム バン(DUC, Pham Van).
- (74) 代理人: 小谷 悦司, 外(KOTANI, Etsuji et al.); 〒5300005 大阪府大阪市北区中之島 2 丁目 2 番 2 号大阪中之島ビル 2 階 Osaka (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, 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, KH, KN, KP, KR, 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) 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, ST, 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).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: SURFACE-TREATED STEEL WIRE AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME

(54) 発明の名称: 表面処理鋼線材及びその製造方法



(57) Abstract: The present invention relates to a surface-treated steel wire having a zinc phosphate coating on the surface of a steel wire, the deposited amount of the zinc phosphate coating being 4.0-7.0 g/m², and the average crystal particle diameter of the zinc phosphate in the zinc phosphate coating being 70 μm or less. This surface-treated steel wire can be manufactured by performing a combination of a descaling step for removing scale adhering to the surface of the steel wire, and a surface adjustment step for processing the surface of the steel wire which has been subjected to the descaling step through use of a surface adjuster for increasing the reactivity of the surface.

(57) 要約: 本発明は、鋼線材の表面にリン酸亜鉛被膜を有する表面処理鋼線材であって、前記リン酸亜鉛被膜の付着量が 4.0~7.0 g/m²であり、リン酸亜鉛被膜中のリン酸亜鉛の平均結晶粒径が 70 μm 以下である表面処理鋼線材に関する。この表面処理鋼線材は、鋼線材の表面に付着したスケールを除去するデスケール工程、及び前記デスケール工程を終えた前記鋼線材の表面を、当該表面の反応性を高めるための表面調整剤によって処理する表面調整工程を、組み合わせて処理することによって製造できる。

WO 2017/170274 A1

明 細 書

発明の名称： 表面処理鋼線材及びその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、鋼線材の表面にリン酸塩被膜処理を施した表面処理鋼線材、及びこうした表面処理鋼線材を製造するための有用な方法に関する。

背景技術

[0002] 従来から、鋼線材の寸法精度や機械特性の向上を目的として、鋼線材に対して伸線ダイスを用いた引抜き加工が施される。この引抜き加工を円滑に行うために、引抜き加工の前に、鋼線材の表面に付着した酸化スケールを除去する工程（以下、「デスケーリング工程」と呼ぶ）、鋼線材の表面に、リン酸亜鉛で代表されるリン酸塩被膜を形成する工程（以下、「被膜処理工程」と呼ぶ）、及び当該リン酸塩被膜上にさらに潤滑被膜を形成する工程（以下、「潤滑処理工程」と呼ぶ）を行っている。これらの工程を行うことで、鋼線材の表面に潤滑性が付与され、引抜き加工を円滑に行うことができる。

[0003] 上記デスケーリング工程には、大別して化学的除去方法と機械的除去方法があるが、化学的除去方法は、硫酸及び塩酸を使用するため、大量の廃酸処理が必要となり環境上好ましくないという理由で敬遠されており、機械的除去方法が採用されている。機械的除去方法としては、ショットブラスト法、エアブラスト法、高圧ウォータージェット法等が挙げられる。

[0004] 上記被膜処理工程では、鋼線材の表面にホパイト $[Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O]$ とホスホフィライト $[Zn_2Fe(PO_4)_2 \cdot 4H_2O]$ の混合組織からなるリン酸塩被膜を形成している。

[0005] 潤滑処理工程では、上記リン酸塩被膜に対して反応型石鹼による潤滑処理を行うことにより、石鹼成分のステアリン酸ナトリウムとリン酸塩被膜中のホパイトとを反応させて、金属石鹼であるステアリン酸亜鉛と、湯溶石鹼であるステアリン酸ナトリウムとからなる潤滑被膜を形成している。

[0006] 上記で形成したリン酸塩被膜及び潤滑被膜は、潤滑性や耐焼付き性で評価

される加工性と、耐錆性に優れており、従来から幅広く適用されている。

[0007] 上記各工程を経た鋼線材は、その後引抜き加工によって伸線されるが（以下では、この加工を「伸線加工」と呼ぶ）、上記デスケーリング工程、被膜処理工程、及び潤滑処理工程までの各工程を個別に行う所謂「バッチ処理」によって行われるのが一般的である。これに対して、上記デスケーリング工程、被膜処理工程、潤滑処理工程及び伸線加工までを連続的に行う所謂「インライン処理」も知られている。

[0008] ところで、上記のようなバッチ処理によって形成されたリン酸塩被膜では、リン酸塩、特にリン酸亜鉛の結晶粒径は、平均で数百 μm までに達し、しかもリン酸塩被膜の付着量も多くなる傾向がある。そのため、伸線加工時や伸線加工後に実施される圧造加工時に、鋼線材表面から脱落するリン酸塩被膜の量が多くなり、加工用金型でのカス詰まり（以下、単に「カス詰まり」と呼ぶ）が発生しやすいという問題がある。このカス詰まりの発生は、潤滑処理工程でリン酸塩被膜上に形成される潤滑被膜も原因となるが、主たる原因となるのは鋼線材表面から脱落するリン酸塩被膜である。

[0009] こうしたカス詰まりの発生を防止するには、リン酸塩被膜の付着量を低減すればよいことは分かるが、リン酸塩被膜の付着量を低減すると、鋼線材の潤滑性、キャリア性、保護性が低下し、伸線加工等の加工時に金型での焼付きが発生しやすくなるという別の問題が生じる。

[0010] 従来実施されている製造方法では、デスケーリング工程でどのような方法を採用するにしても、その後のリン酸塩被膜の反応性が低く、所定量のリン酸塩被膜の付着量を確保するためには、長時間を要する。しかしながらリン酸塩被膜の形成に長時間を要すると、それだけリン酸塩の結晶粒が粗大化する傾向がある。加工性を円滑にするには、リン酸塩被膜の付着量を適切な範囲とする必要があるのは勿論のこと、鋼線材表面に均一かつ緻密なリン酸塩被膜を形成させることが必要である。

[0011] リン酸塩被膜中のリン酸塩の結晶粒が粗大化すると、鋼線材の表面に均一な被膜を形成させるためには、それだけ付着量も多くなる。

- [0012] リン酸塩被膜の付着量を低減させつつリン酸塩の結晶粒の微細化を図り、上記のようなカス詰まりを低減させる方法として、これまでも様々な技術が提案されている。例えば特許文献1には、亜鉛イオンに対するカルシウムイオンの重量比が0.5以上1.5以下であるリン酸塩処理液に鋼線材を浸漬することにより、リン酸亜鉛カルシウムを含むリン酸塩被膜を形成することが提案されている。
- [0013] また特許文献2には、カルシウムイオンを0.1～0.5重量%、亜鉛イオン1.0～3.0重量%含有し、かつ亜鉛イオンに対するカルシウムイオンの重量比が0.1～0.5であるリン酸亜鉛カルシウムを含むリン酸塩被膜を形成することが提案されている。
- [0014] 一方、特許文献3には、リン酸亜鉛被膜の付着量が5～9 g/m²で、被膜中のリン酸亜鉛結晶の平均粒径が150 μm以下である伸線前鋼線が提案されている。この技術では、リン酸亜鉛処理液中のZn²⁺:PO₄³⁻を1:2.4～1:4とし、エッチング作用のあるPO₄³⁻含有量を多くし、かつ、全酸度/遊離酸度を4.0～5.0に制御することによって、リン酸亜鉛被膜の付着量やリン酸亜鉛結晶の平均粒径を上記のように制御している。また、好ましい条件として、鋼線のリン酸亜鉛処理液中への浸漬時間を3～5分とするとともに、リン酸亜鉛処理液中のFe²⁺含有量を5 g/L以下と規定している。
- [0015] 特許文献1及び2の技術は、リン酸塩被膜中にカルシウムを含有させることによって、リン酸亜鉛カルシウム被膜とするものであり、このリン酸亜鉛カルシウム被膜はリン酸亜鉛被膜よりも被膜が微細でかつ耐熱性に優れたものとなるため、リン酸塩被膜の付着量も適切な範囲とできる。しかしながら、これらの技術では、リン酸亜鉛カルシウム被膜を形成するための液の管理が複雑となり、しかもランニングコストが高くなる。
- [0016] 特許文献3の技術では、リン酸亜鉛処理液の組成、処理条件の制御が複雑となり、生産性が低下する恐れがある。また、リン酸亜鉛結晶の平均粒径が150 μm以下となっており、リン酸亜鉛結晶粒の微細化は図られているが、実施例では、いずれもリン酸亜鉛結晶粒の平均粒径は80 μm以上となっ

ている。

[0017] 伸線加工等の加工時に焼付きを発生することなく、しかもカス詰まりを低減するには、リン酸亜鉛被膜中のリン酸亜鉛結晶粒の微細化を図るとともに、リン酸亜鉛被膜の付着量を適切な範囲にすることが有効である。またリン酸亜鉛被膜を鋼線材の表面に形成した表面処理鋼線材を製造するに際し、できるだけ簡便かつ低コストで製造できることも必要である。

先行技術文献

特許文献

[0018] 特許文献1：特開平 1 0－4 6 3 5 1 号公報

特許文献2：特開平 1 0－3 3 0 9 5 3 号公報

特許文献3：特開 2 0 0 6－1 8 7 7 8 9 号公報

発明の概要

[0019] 本発明は、上記の現状に鑑みてなされたものであり、その目的は、伸線加工等の加工時に焼付きを発生することなく、しかもカス詰まりを低減できる表面処理鋼線材、及びこのような表面処理鋼線材を簡便かつ低コストで製造できる方法を提供することにある。

[0020] 本発明の一局面に関する表面処理鋼線材は、鋼線材の表面にリン酸亜鉛被膜を有する表面処理鋼線材であって、前記リン酸亜鉛被膜の付着量が $4.0 \sim 7.0 \text{ g/m}^2$ であり、リン酸亜鉛被膜中のリン酸亜鉛の平均結晶粒径が $70 \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする。この表面処理鋼線材において、リン酸亜鉛の平均結晶粒径は $40 \mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

[0021] 本発明の他の局面に関する表面処理鋼線材の製造方法は、鋼線材の表面に対して研磨粒子を含むスラリーを噴射することにより、当該鋼線材の表面に付着したスケールを除去するデスケーリング工程、前記デスケーリング工程を終えた前記鋼線材の表面を、当該表面の反応性を高めるための表面調整剤によって処理する表面調整工程、及び前記表面調整工程を終えた前記鋼線材をリン酸亜鉛含有溶液に浸漬することにより前記鋼線材の表面にリン酸亜鉛被膜を形成する被膜処理工程、を含む。

図面の簡単な説明

[0022] [図1]本発明の製造方法の工程例を示す説明図である。

[図2]比較例1のリン酸亜鉛被膜の観察画像を示す図面代用顕微鏡写真である。
。

[図3]実施例3のリン酸亜鉛被膜の観察画像を示す図面代用顕微鏡写真である。
。

[図4]実施例4のリン酸亜鉛被膜の観察画像を示す図面代用顕微鏡写真である。
。

発明を実施するための形態

[0023] 本発明者は、伸線加工等の加工時に焼付きを発生することなく、しかもカス詰まりを低減できる表面処理鋼線材を製造するための条件について鋭意検討を重ねた。その結果、鋼線材の表面に対して研磨粒子を含むスラリーを噴射することにより、当該鋼線材の表面に付着したスケールを除去するデスケーリング工程を経た後、デスケーリング工程を終えた前記鋼線材の表面の反応性を高めるための表面調整剤によって処理する表面調整工程を付加することによって、リン酸亜鉛被膜中のリン酸亜鉛の結晶粒の微細化を維持しつつリン酸亜鉛被膜の付着量を適切な範囲に設定できる表面処理鋼線材が得られることを見出し、本発明を完成した。

[0024] まず本実施形態の表面処理鋼線材で規定する各要件について説明する。

[0025] 本実施形態の表面処理鋼線材は、鋼線材の表面にリン酸亜鉛被膜を有する表面処理鋼線材であり、前記リン酸亜鉛被膜の付着量が $4.0 \sim 7.0 \text{ g/m}^2$ であり、リン酸亜鉛被膜中のリン酸亜鉛の平均結晶粒径が $70 \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする。

[0026] このような構成により、伸線加工等の加工時に焼付きを発生することなく、しかもカス詰まりを低減できる表面処理鋼線材を提供することができる。

[0027] 前記リン酸亜鉛被膜の付着量は $4.0 \sim 7.0 \text{ g/m}^2$ とする必要がある。このリン酸亜鉛被膜の付着量は、伸線加工等の加工時における焼付きやカス詰まりに影響を与えるため重要な構成である。リン酸亜鉛被膜の付着量が4

． $0 \text{ g} / \text{m}^2$ 未満となると、鋼線材の地鉄が露出し、加工時に焼付きが発生しやすくなり、また耐食性も低下する。リン酸亜鉛被膜の付着量が $7.0 \text{ g} / \text{m}^2$ を超えるとカス詰まりが多くなる。リン酸亜鉛被膜の付着量の好ましい下限は、 $4.5 \text{ g} / \text{m}^2$ 以上であり、より好ましくは $5.0 \text{ g} / \text{m}^2$ 以上である。リン酸亜鉛被膜の付着量の好ましい上限は、 $6.5 \text{ g} / \text{m}^2$ 以下であり、より好ましくは $6.0 \text{ g} / \text{m}^2$ 以下である。

[0028] 一方、リン酸亜鉛被膜中のリン酸亜鉛の平均結晶粒径は、 $70 \mu\text{m}$ 以下とする必要がある。平均結晶粒径は、好ましくは $40 \mu\text{m}$ 以下であり、より好ましくは $30 \mu\text{m}$ 以下、さらに好ましくは $25 \mu\text{m}$ 以下である。

[0029] リン酸亜鉛の結晶粒は、微細であるほど好ましいが、後述する製造条件等との関係によって、その微細化にも限界がある。こうした観点から、リン酸亜鉛の平均結晶粒径の好ましい下限は、概ね $1 \mu\text{m}$ 以上である。また、製造条件を厳密にしなくてもよいとの観点からすれば、リン酸亜鉛の平均結晶粒径のより好ましい下限は、 $5 \mu\text{m}$ 以上である。

[0030] 加工時に起こる焼付きやカス詰まりは、伸線加工時は勿論のこと、伸線加工後の圧造時においても問題となる。各加工を行う段階で、上記要件を満足していれば、夫々の加工の際の効果を発揮することができる。

[0031] 例えば、伸線加工を強加工し、その後の圧造加工において、それほど強加工を行わない場合には、少なくとも伸線加工を行う段階で上記規定範囲を満足していればよい。逆に、伸線加工を強加工せず、その後の圧造加工において強加工を行う場合には、少なくとも圧造加工を行う段階で上記規定範囲を満足していればよい。要するに、強加工となる主たる加工に応じて、上記要件を満足していればよい。

[0032] すなわち本実施形態の表面処理鋼線材は、リン酸亜鉛被膜処理及び潤滑処理を施した後、伸線加工前の表面処理鋼線材、及び伸線加工した後圧造する前の表面処理鋼線材のいずれも含む趣旨である。ただし、本実施形態の表面処理鋼線材は、伸線加工の段階及び圧造加工の段階のいずれにおいても上記の規定範囲を満足していてもよいことは勿論であり、この場合には、伸線加

工及び圧造加工のいずれもが強加工であっても、本発明の効果が発揮される。

[0033] 次に本実施形態の製造方法を、図面に基づいて詳しく説明する。図1は、本実施形態の製造方法の工程例を示す説明図である。なお、図面において各符号は、以下を示す：1 製造ライン、2 サプライスタンド、3 矯正機、4 矯正ロール、5 ダイス。

[0034] 本実施形態の製造方法は、図1に示すように、鋼線材に対して伸線加工等の冷間加工を行う製造ライン1にて行われるものであり、鋼線材の表面に付着するスケールを除去するデスケリング工程P3と、当該表面の反応性を高めるための表面調整剤によって処理する表面調整工程P4と、表面調整工程を終えた前記鋼線材をリン酸亜鉛含有溶液に浸漬することによって、鋼線材の表面に潤滑剤の下地であるリン酸亜鉛被膜を形成する被膜処理工程P5と、を含む。

[0035] 具体的には、図1に示した方法では、サプライスタンド2のコイルから鋼線材を巻き出す巻出し工程P1と、当該鋼線材を矯正機4によりストランド状に矯正する矯正工程P2と、鋼線材の表面に付着するスケールを除去するデスケリング工程P3と、デスケリング後の鋼線材の表面を、当該表面の反応性を高めるための表面調整剤によって処理する表面調整工程P4と、鋼線材をリン酸亜鉛含有溶液に浸漬することによって鋼線材の表面にリン酸亜鉛被膜を形成する前記被膜処理工程P5と、リン酸亜鉛被膜を形成後の鋼線材に対して金属石鹼等の潤滑剤で被覆する前記潤滑処理工程P6と、潤滑剤で被覆した鋼線材を冷間加工によって伸線する伸線工程P8と、伸線した鋼線材を巻き取り機で巻き取る巻取り工程P9と、を含む。鋼線材は、搬送方向に沿って送られ、上記各工程P1～P9が順次実施されることによって表面処理鋼線材が製造される。

[0036] なお図1には示していないが、巻取り工程P9で巻き取られた鋼線材は、その後圧造等の加工が施され、軸受等を製造するための素材となる表面処理鋼線材とされる。

[0037] 上記潤滑工程 P 6 は、必要によって、省略することができる。この潤滑工程 P 6 を省略する場合には、潤滑処理をせずに、伸線工程 P 8 において伸線パウダーのみを使用して伸線加工を行えばよい。このとき用いる伸線パウダーの種類は、何ら特定するものではないが、例えば N a 系石鹼や C a 系石鹼等が挙げられる。

[0038] 潤滑工程 P 6 を含んで本実施形態の製造方法を実施する場合には、潤滑工程 P 6 で用いる潤滑剤が液体のときには、図 1 に示すように、伸線工程 P 8 の前に、鋼線材の表面を被覆する潤滑剤を乾燥させる乾燥工程 P 7 を含んでいてもよい。この乾燥工程 P 7 は、仕様に応じて省略してもよい。

[0039] 以下に、本実施形態の製造方法を構成する各工程を説明する。

[0040] 本実施形態の製造方法でリン酸亜鉛被膜が形成される表面処理鋼線材の素材は、鋼やステンレス鋼等を熱間圧延機で長尺の線状に圧延されたものであり、5.0～55mmの直径を有する。この鋼線材は、圧延後にコイルとして巻き取られる。圧延後、鋼線材の組織や機械的特性などを調整するために、当該鋼線材にバッチ炉や連続炉にて焼なまし等の熱処理が加えられることもある。

[0041] <巻出し工程 P 1>

巻出し工程 P 1 では、サプラスタンド 2 に配置された鋼線材のコイルから鋼線材をライン状に巻き出す。このサプラスタンド 2 は、熱間圧延後の鋼線材のコイルを、その軸心が上下方向または水平方向を向くように支持する設備である。鋼線材の巻き出しは、鋼線材をコイルの上方又は製造ラインの下流側に向かって引抜くように巻き解くか、コイル自体を水平面内に回転させながら鋼線材を巻き出すことによって行われる。

[0042] <矯正工程 P 2>

矯正工程 P 2 では、矯正機 3 を用いて鋼線材の巻き癖を矯正する。この矯正機 3 は、複数の矯正ロール 4 を含み、これらの矯正ロール 4 が、サプラスタンド 2 から巻き出された鋼線材の巻き癖を解消させる矯正を行う。具体的には、熱間圧延後にコイル状に巻き取られた鋼線材が複数の矯正ロール 4

を順番に通過することにより、鋼線材の巻き癖を解消し、鋼線材を直線状に矯正できる。

[0043] <デスケーリング工程 P 3>

デスケーリング工程 P 3 では、鋼線材の表面に対して研磨粒子を含むスラリーを噴射することにより、当該表面に付着した酸化スケールを除去するとともに、鋼線材の表面に加工歪を加えることで鋼線材の表面に微細かつ多数の凹凸を形成する。以下、デスケーリング工程 P 3 で行われるスラリーの噴射のことを「ウェットブラスト」と記すこともある。

[0044] ウェットブラストは、水と硬質粒子とを混合した混合物であるスラリーを高圧のエアで対象物に向けて複数のノズルから噴射することにより、当該スラリーを鋼線材の表面に衝突させて当該鋼線材の表面の酸化スケールを削り取る操作である。

[0045] デスケーリング工程 P 3 は、上記酸化スケールを除去しつつ鋼線材の表面性状を変化させるために、ウェットブラストのエア圧力、ノズルと鋼線材の距離、砥粒の形状及び材質、複数のノズルの間隔、砥粒濃度等を適切に調整することが好ましい。

[0046] ウェットブラストのエア圧力が高いほど鋼線材の表面に付着した酸化スケールを除去しやすく、かつ鋼線材の表面性状を変化させることができる。このような観点からウェットブラストのエア圧力は 0.2 MPa 以上 0.6 MPa 以下が好ましい。0.2 MPa 以上であることにより、スケールを十分に除去することができ、かつエア流路にスラリーが逆流するのを防ぐことができる。より好ましくは、0.3 MPa 以上である。このエア圧が過剰になっても、その作用が飽和するので、0.6 MPa 以下であることが好ましい。より好ましくは 0.5 MPa 以下である。

[0047] ウェットブラスト時におけるノズルと鋼線材の距離は、20 mm 以上 200 mm 以下が好ましい。鋼線材とノズルの距離を 20 mm 以上とすることにより、鋼線材の表面全体に対してスラリーを噴射することができる。しかもウェットブラストは、ノズル先端近傍でエアによる砥粒の加速が不十分であ

るため、20 mm以上の距離を確保することで研削力を十分に確保することができる。より好ましくは70 mm以上である。鋼線材とノズルとの距離が200 mm以下であることにより、ウェットブラストの減衰による研削力の低下を避けることができる。より好ましくは160 mm以下である。

[0048] ウェットブラストの砥粒濃度は、5体積%以上25体積%以下であることが好ましい。砥粒濃度が5体積%以上であることにより加工力が極端に低下せず、25体積%以下であることにより、砥粒同士の干渉を避けることができ、加工効率の低下を避けることができる。砥粒濃度のより好ましい下限は10体積%以上であり、より好ましい上限は20体積%以下である。

[0049] 上記ウェットブラストは、噴射した研磨材すなわち研磨粒子が対象物へ与える衝撃を小さく抑えることができるものであり、噴射圧100 MPa程度のウォータージェットと比較して対象物へのダメージを与えにくい。例えばウォータージェットでは、鋼線材の表面に生成される加工変質層は厚くなる傾向があり、鋼線材の割れやダイスの焼付きなどの加工不良を冷間加工時に招く可能性がある。これに対し、水と硬質粒子とのスラリーを用いるウェットブラストをデスケリング工程P3に適用することにより、ウォータージェットと比較して鋼線材の表面に生成する加工変質層を薄くすることができ、研磨材の衝突により硬化する鋼線材表面の加工硬化量や加工硬化深さ等を小さくすることができる。

[0050] 上述したウェットブラストに用いる砥粒は、グリット状の研磨粒子であることが好ましい。このグリット状の研磨粒子とは、JIS Z 0311:2004にブラスト処理用金属系研磨材として規定されるグリットを意味し、使用前の状態で稜角を有する角ばった形状であって、その表面のうちの丸い部分がその粒子の全表面に占める割合が1/2未満の粒子を指す。従って、このグリット状の研磨粒子は、JIS Z 0311:2004で規定されたショット処理用金属系研磨材、すなわち「使用前の状態で稜角、破砕面又は他の鋭い表面欠陥がなく、長径が短径の2倍以内の球形状の粒子」とは、形状が大きく異なるものである。

[0051] このようなグリット状の研磨粒子を用いることにより、グリット状の研磨粒子の角部による微細な表面切削により鋼線材の表面に微細かつ多数の凹凸が形成される。こうした表面性状は、表面調整工程 P 5 において、微細かつ多数のリン酸亜鉛結晶の核を形成する上で好ましい形態である。

[0052] なお、グリット状の研磨粒子に用いる金属の種類は問わないが、デスケーリング工程 P 3 の加工効率の観点からは、処理される鋼線材の硬度よりも硬度の高い粒子を用いることが好ましい。具体的には、グリット状の研磨粒子には、鋼線材表面への刺込み残留を防止する観点などから、靱性に優れる鋼又はステンレス鋼が好ましく用いられる。

[0053] <表面調整工程 P 4>

表面調整工程 P 4 では、前記デスケーリング工程を終えた前記鋼線材の表面を、当該表面の反応性を高めるための表面調整剤によって処理する。このとき用いる表面調整剤としては、リン酸亜鉛被膜の形成を促進するために用いられているものを適用することができる。

[0054] 具体的には、T i 系の表面調整剤である「プレパレン Z」（商品名：日本パーカライジング株式会社製）や、Z n 系の表面調整剤である「プレパレン X」（商品名：日本パーカライジング株式会社製）等が挙げられる。

[0055] 上記各表面調整剤は、リン酸亜鉛被膜を形成するときにリン酸塩含有溶液に含有され、リン酸亜鉛被膜の反応性を促進するものとして知られているが、この表面調整剤を用いた表面調整工程 P 4 を、上記のようなデスケーリング工程 P 3 に引き続いて行うことによって、リン酸亜鉛被膜中のリン酸亜鉛の結晶粒の微細化が図れる。

[0056] こうした効果が得られる理由については、その全てを解明し得た訳ではないがおそらく、次のように考えることができる。すなわち、デスケーリング工程 P 3 によって形成された多数の凹凸部分に対応して、リン酸亜鉛結晶の核となる粒子が多数均一に形成され、その結果、リン酸亜鉛の結晶粒の微細化が達成されることが考えられる。

[0057] また、結晶粒の微細化が達成されることによって、リン酸亜鉛被膜の付着

量が過剰になることも防止できる。さらに、リン酸亜鉛被膜の形成が促進されることによって、リン酸亜鉛の結晶粒が粗大化しない短時間において、迅速に所定量のリン酸亜鉛被膜の付着量が確保できる。

[0058] リン酸亜鉛結晶の微細化効果は、添加する表面調整剤の濃度に影響され、リン酸亜鉛の結晶粒をより小さくするするためには、前工程のデスケーリング工程 P 3 での条件にもよるが、表面調整剤の濃度をより高めることが好ましい。本実施形態において、リン酸亜鉛被膜中のリン酸亜鉛の平均結晶粒径を $70\ \mu\text{m}$ 以下とするためには、表面調整剤（プレパレン Z の場合）の濃度、すなわち水溶液中の表面調整剤の割合は、 $0.3\ \text{g/L}$ 以上、 $20\ \text{g/L}$ 以下であることが好ましい。この濃度が、 $0.3\ \text{g/L}$ 未満では、表面調整剤による効果が発揮されにくくなり、 $20\ \text{g/L}$ を超えても、その効果が飽和する。この濃度の下限は、より好ましくは $1.0\ \text{g/L}$ 以上であり、さらに好ましくは $1.5\ \text{g/L}$ 以上である。また表面調整剤の濃度の上限は、より好ましくは $15\ \text{g/L}$ 以下であり、さらに好ましくは $10\ \text{g/L}$ 以下である。

[0059] 本実施形態では、デスケーリング工程 P 3 での条件を適切にするとともに、表面調整工程 P 4 での適切な条件を適宜組み合わせて設定することによって、前記リン酸亜鉛被膜の付着量を確保しつつ、リン酸亜鉛被膜中のリン酸亜鉛結晶粒の微細化が実現できる。

[0060] <被膜処理工程 P 5>

被膜処理工程 P 5 では、表面調整工程 P 4 で表面調整した鋼線材をリン酸亜鉛含有溶液に浸漬することにより、当該鋼線材の表面にリン酸亜鉛被膜を形成する。リン酸亜鉛被膜は、上述の伸線加工等の冷間加工において潤滑剤をダイス内に引込むキャリアの役目を担い、潤滑剤として用いられる石灰石鹼や金属石鹼等の下地層として形成される。

[0061] 被膜処理工程 P 5 におけるリン酸亜鉛含有溶液は、通常のを適用すればよく、その条件は限定されないが、リン酸塩含有溶液の全酸度は、 $60\ \text{pH}$ 以上 $250\ \text{pH}$ 以下であることが好ましい。全酸度を $60\ \text{pH}$ 以上とする

ことにより、被膜処理工程 P 5 における化成反応が促進され、リン酸塩被膜の形成時間を短縮することができる。また全酸度が 250 p t 以下であることにより、被膜処理工程 P 5 後の水洗処理において、リン酸亜鉛含有溶液の濃度が高いことによって生じがちな水洗の汚染を抑制することができ、しかも濃度が高いリン酸塩含有溶液の供給費用を抑制することができる。リン酸亜鉛含有溶液の全酸度の下限は、120 p t 以上であることがより好ましく、さらに好ましくは 130 p t 以上である。またリン酸亜鉛含有溶液の全酸度の上限は、200 p t 以下であることがより好ましく、さらに好ましくは 170 p t 以下である。

[0062] なお、全酸度に用いる「p t」は、リン酸亜鉛含有溶液の濃度単位であり、リン酸亜鉛含有溶液 10 m l を中和するために必要な 0.1 m o l / L 濃度の水酸化ナトリウム液の滴定値、すなわち「m L 数」を意味する。

[0063] 被膜処理工程 P 5 におけるリン酸亜鉛含有溶液は、60℃以上90℃以下に加熱した状態で鋼線材を浸漬することが好ましい。60℃以上であることによりリン酸亜鉛被膜を効率的に形成することができる。90℃以下であることにより、リン酸亜鉛含有溶液が加水分解したり変質したりすることを防止し得る。リン酸亜鉛含有溶液の温度の下限は、より好ましくは65℃以上であり、さらに好ましくは70℃以上である。また、リン酸亜鉛含有溶液の温度の上限は、より好ましくは85℃以下であり、さらに好ましくは80℃以下である。

[0064] <潤滑処理工程 P 6>

潤滑処理工程 P 6 では、リン酸亜鉛被膜を被覆した鋼線材の表面に対し、石灰石鹼等を含む潤滑剤を被覆する。これにより鋼線材を潤滑させやすく冷間加工することができ、鋼線材をスムーズに加工することができる。リン酸亜鉛被膜自体は潤滑性が乏しいため、潤滑処理工程 P 6 を行わずに伸線加工等を行うとダイスの寿命が短くなりやすくなる。

[0065] <乾燥工程 P 7>

上記潤滑処理工程 P 6 で用いる潤滑剤が液体の場合、乾燥工程 P 7 におい

て当該潤滑剤を乾燥させることが好ましい。乾燥工程 P 7 における乾燥はドライヤーにより熱風を吹き付ける等の方法を挙げることができる。乾燥温度は 60℃以上 200℃以下に設定し、乾燥時間は 1 秒以上 60 秒以下が好ましい。

[0066] <伸線工程 P 8>

上記のように潤滑剤により被覆された鋼線材に対し、伸線工程 P 8 に代表される冷間加工を加工機、例えば伸線工程 P 8 では伸線機によって行う。

[0067] このような構成によれば、鋼線材の表面にリン酸亜鉛被膜を形成するに際し、鋼線材の表面に対して研磨粒子を含むスラリーを噴射することにより、当該鋼線材の表面に付着したスケールを除去するデスケリング工程、及び前記デスケリング工程を終えた前記鋼線材の表面を、当該表面の反応性を高めるための表面調整剤によって処理する表面調整工程を組み合わせる前記鋼線材の表面を処理することによって、上記要件を満足する表面処理鋼線材が実現できる。

[0068] 本実施形態の表面処理鋼線材は、伸線加工等の加工時に焼付きを発生することなく、しかもカス詰まりの発生も防止できる。

[0069] また、上記本実施形態の製造方法によれば、表面処理鋼線材を簡便かつ低コストで製造できる。本実施形態の製造方法においては、インライン処理で行うことが好ましいが、こうしたインライン処理では、一連の工程を所定の時間内で行うことができるので、生産性をさらに高めることができる。

[0070] 本明細書は、上述したように様々な態様の技術を開示しているが、そのうち主な技術を以下に纏める。

[0071] 本発明の一局面に関する表面処理鋼線材は、鋼線材の表面にリン酸亜鉛被膜を有する表面処理鋼線材であって、前記リン酸亜鉛被膜の付着量が 4.0 ~ 7.0 g/m²であり、リン酸亜鉛被膜中のリン酸亜鉛の平均結晶粒径が 70 μm 以下であることを特徴とする。この表面処理鋼線材において、リン酸亜鉛の平均結晶粒径は 40 μm 以下であることが好ましい。

[0072] また、上記表面処理鋼線材において、前記リン酸亜鉛被膜上に、さらに潤

滑被膜を有することが好ましい。

[0073] 本発明の他の局面に関する表面処理鋼線材の製造方法は、鋼線材の表面に対して研磨粒子を含むスラリーを噴射することにより、当該鋼線材の表面に付着したスケールを除去するデスケーリング工程、前記デスケーリング工程を終えた前記鋼線材の表面を、当該表面の反応性を高めるための表面調整剤によって処理する表面調整工程、及び前記表面調整工程を終えた前記鋼線材をリン亜鉛含有溶液に浸漬することにより前記鋼線材の表面にリン酸亜鉛被膜を形成する被膜処理工程、を含む。

[0074] また、リン酸亜鉛被膜上に、さらに潤滑被膜を有する表面処理鋼線材を製造するには、上記製造方法において、前記デスケーリング工程、表面調整工程、被膜処理工程に加え、リン酸被膜を形成した後の鋼線材に対して潤滑剤で被覆する潤滑処理工程と、を含むようにすればよい。

[0075] さらに、上記の表面処理鋼線材の製造方法においては、前記デスケーリング工程、表面調整工程及び被膜処理工程を連続的を行うこと、すなわちインライン処理で行うことが好ましい。

[0076] また上記製造方法において、潤滑剤で被覆する潤滑処理工程を行う場合には、潤滑処理工程の後に、潤滑剤を乾燥する工程を含んでもよい。

[0077] 以下、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、本発明は下記実施例によって制限されず、前・後記の趣旨に適合し得る範囲で変更を加えて実施することも可能であり、それらはいずれも本発明の技術的範囲に包含される。

実施例

[0078] 実施例及び比較例のいずれも、鋼種がSUJ2で、 $\phi 11.0\text{ mm}$ の線径の鋼線材に対し、球状化焼鈍によって酸化スケールを付着させるとともに、表面処理、伸線工程P8及び圧造工程をこの順に行った。なお、上記表面処理は、デスケーリング工程P3、表面調整工程P4、被膜処理工程P5、潤滑処理工程P6、及び乾燥工程P7をこの順に行った。この表面処理を連続的に行った場合を、表1において「インライン」と記する。また表面処理を

個別的に行い、連続的に行わなかった場合を、表 1 において「バッチ」と記する。

[0079] 実験条件の詳細は以下の通りである。

(1) デスケーリングにより除去されるべき酸化スケール

化学組成： Fe_3O_4 (60 体積%)、 Fe_2O_3 (70 体積%)

厚み： $2\ \mu\text{m}$

<デスケーリング工程 P 3>

(P 3-1) ウェットブラスト

使用する装置：マコー (株) 製汎用ウェットブラスト装置

研磨材：鋼製グリット

砥粒濃度：25%

砥粒平均サイズ： $200\ \mu\text{m}$

エア圧力：0.4 MPa

線材とノズル角度： 90° 付近

線材とノズルの距離：100 mm

(P 3-2) ショットブラスト

使用する装置：汎用ショットブラスト装置

研磨材：鋼材

平均砥粒径： $100\ \mu\text{m}$

(P 3-3) 酸洗

塩酸：20 質量%、 25°C 、浸漬時間 30 分

<表面調整工程 P 4>

表面調整剤

(a) 日本パーカライジング社製 (商品名：「プレパレン Z」；Ti 系表面調整剤)

(b) 日本パーカライジング社製 (商品名：「プレパレン X」；Zn 系表面調整剤)

表面調整剤の濃度： $0.5\ \text{g/L}$ (実施例 4)、 $1\ \text{g/L}$ (実施例 3)、

5 g / L (実施例 1、2、比較例 2、3)

表面調整剤の温度 : 25 °C

<被膜処理工程 P 5>

リン酸亜鉛含有溶液 : 日本パーカライジング社製 (商品名 : 「PB-3670X」)

全酸度 : 90 p t

リン酸亜鉛含有溶液の温度 : 80 °C

処理時間 : 15 秒、30 秒、240 秒

<潤滑処理工程 P 6>

使用される潤滑剤 : 石灰石鹼 (井上石灰工業社製 : 商品名「MAC-A20」)

<乾燥工程 P 7>

温度 : 70 ~ 80 °C

乾燥時間 10 秒

実施例及び比較例の処理条件を表 1 に示す。

[0080]

[表1]

	表面処理	デスケーリング方法	表面調整処理	被膜処理時間 (秒)
実施例 1	インライン	ウエットブラスト	有り (プレパレンZ)	15
実施例 2	インライン	ウエットブラスト	有り (プレパレンX)	15
実施例 3	インライン	ウエットブラスト	有り (プレパレンX)	15
実施例 4	インライン	ウエットブラスト	有り (プレパレンX)	15
比較例 1	インライン	ウエットブラスト	無し	15
比較例 2	インライン	ショットブラスト	有り (プレパレンZ)	15
比較例 3	バッチ	酸洗	有り (プレパレンX)	30
比較例 4	バッチ	酸洗	無し	240

[0081] <特性評価>

上記各実施例及び各比較例において作製された表面処理鋼線材に対して、伸線加工及び圧造加工を行うことにより、焼付き及びカス詰まりの発生状況を、目視評価した。このとき伸線加工は、約 1 0 0 0 k g の鋼線材に対して伸線の減面率 1 2 % ($\phi 11.0 \text{ mm} \rightarrow \phi 10.3 \text{ mm}$) で加工した。圧造加工は、約 5 0 0 k g の重量の鋼線材に対して減面率 5 6 % で前方押し出し加工した。

[0082] 伸線加工や圧造加工において、加工時にすぐに焼付きが発生した例や、カス詰まりが多く発生した例を「×」、2 0 0 k g 未満の鋼線材を加工した時に焼付きが発生したものを「△」、2 0 0 k g 以上の鋼線材を加工しても焼

付き及びカス詰まりが発生しなかったものを「○」とそれぞれ評価した。各実施例及び各比較例の鋼線材の評価結果を表 2 に示す。

[0083] <結晶粒径評価>

各実施例及び各比較例で形成したリン酸亜鉛被膜を、SEM (Scanning Electron Microscope ; 走査型電子顕微鏡) を用いて、200 倍で観察することにより、リン酸亜鉛被膜の外観を評価した。このとき潤滑処理後の表面処理鋼線材を、「ライトクリン A-1」(商品名: 共栄社化学株式会社製) 10 %溶液に 60 ~ 70℃、15 分間浸漬させることで、潤滑層を除去した後、潤滑層を除去したリン酸亜鉛被膜の表面を SEM 像で観察することにより、リン酸亜鉛被膜中のリン酸亜鉛の結晶を観察した。

[0084] 図 2 は、比較例 1 のリン酸塩被膜の観察画像を示した図面代用写真である。この図 2 に示すように、同じ起点から被膜が形成及び成長した部分(図 2 中、1 点鎖線で囲んだ部分)を、リン酸亜鉛結晶を判断した。視野面積: $378\mu\text{m} \times 511\mu\text{m}$ 内にある結晶数をカウントして結晶 1 個あたりの平均面積を求めた。そして、求めた面積と同一の面積を有する円に相当する直径(円相当径)に換算し、これを結晶粒の平均結晶粒径とした。実施例 3 のリン酸塩被膜の観察画像を図 3 (図面代用写真)に、実施例 4 のリン酸塩被膜の観察画像を図 4 (図面代用写真)に、それぞれ示す。

[0085] <耐食性評価>

各実施例及び各比較例で作製された表面処理鋼線材について、大気雰囲気下、1 ヶ月の暴露試験を行い、錆の発生状況を評価した。評価は目視で行い、錆が発生しなかった場合を「○: 耐食性良好」、錆が発生した場合を「×: 耐食性不良」と評価した。

[0086] 各実施例及び各比較例の評価結果を表 2 に示す。

[0087]

[表2]

	被膜付着量 (g/m ²)	リン酸亜鉛の平均結 晶粒径 (μm)	伸線結果	圧造結果	耐食性
実施例 1	6.2	25	○	○	○
実施例 2	4.2	5	○	○	○
実施例 3	5.5	12	○	○	○
実施例 4	5.6	55	○	○	○
比較例 1	7.4	75	○	△ (カス詰まり軽微発生)	○
比較例 2	3.5	52	○	△ (焼付き発生)	×
比較例 3	4.7	80	△ (焼付き発生)	×	×
比較例 4	8.6	250	○	×	○

[0088] <評価結果の考察>

表 2 に示す実施例 1 ～ 4 及び比較例 1 ～ 4 の評価結果の対比から、ウェッ

トブラストを用いて鋼線材をデスクーリングした後に、表面調整剤を用いて鋼線材の表面を処理することにより、微細な結晶粒のリン酸亜鉛を含むリン酸亜鉛被膜が、適正な付着量で形成することができることがわかった。これにより伸線加工や圧造加工等の冷間加工において焼付きやカス詰まりが発生することなく加工でき、耐食性も良好であることが明らかとなり、本発明の効果が示された。

[0089] 比較例 1 は、ウェットブラストによるデスクーリングを行った後に、表面調整剤を用いなかった例である。この例では、リン酸亜鉛被膜中のリン酸亜鉛の平均結晶粒径が粗大化し、かつ被膜付着量も過剰となっている。強加工でない伸線加工においては問題は生じないが、その後の圧造加工において軽微なカス詰まりが発生した。

[0090] 比較例 2 は、ショットブラストによるデスクーリングを行った後に、表面調整剤を用いた例である。この例では、リン酸亜鉛被膜中のリン酸亜鉛の平均結晶粒径は適正な範囲となっているが、被膜付着量が不足している。強加工でない伸線加工においては問題は生じないが、その後の圧造加工において焼付きが発生した。また、耐食性も劣化している。このように、ショットブラストによるデスクーリングでは、表面調整剤を用いた場合であってもリン酸亜鉛の結晶粒の微細化を確保しつつ、リン酸亜鉛被膜の付着量を適正な範囲とすることはできない。

[0091] 比較例 3 は、酸洗によるデスクーリングを行った後に、表面調整剤を用いて処理をした例である。この例では、リン酸亜鉛被膜の付着量は適切な範囲となっているが、リン酸亜鉛の結晶粒が粗大化し、被膜が鋼線材表面に不均一となっていることが予想される。このような表面処理鋼線材では、鋼線材の地鉄が露出してしまい、強加工でない伸線加工の段階において既に焼付きが発生するとともに、強加工となる圧造加工においても早期に焼付きが発生している。また、耐食性も劣化している。

[0092] 比較例 4 は、酸洗によるデスクーリングを行った後に、表面調整剤を用いずに処理をした例である。この例では、リン酸亜鉛被膜の付着量が過剰とな

り、かつリン酸亜鉛の結晶粒も粗大化している。強加工でない伸線加工の段階においては、焼付きやカス詰まりが発生することはないが、伸線加工後においても、付着量が依然として過剰となり、強加工となる圧造加工においてカス詰まりが多量に発生している。

[0093] この出願は、2016年3月31日に出願された日本国特許出願特願2016-070626および2016年8月24日に出願された日本国特許出願特願2016-163466を基礎とするものであり、その内容は、本願に含まれるものである。

[0094] 本発明を表現するために、前述において具体例等を参照しながら実施形態を通して本発明を適切かつ十分に説明したが、当業者であれば前述の実施形態を変更及び／又は改良することは容易になし得ることであると認識すべきである。したがって、当業者が実施する変更形態又は改良形態が、請求の範囲に記載された請求項の権利範囲を離脱するレベルのものでない限り、当該変更形態又は当該改良形態は、当該請求項の権利範囲に包括されると解釈される。

産業上の利用可能性

[0095] 本発明は、鋼線材に関する技術分野において、広範な産業上の利用可能性を有する。

請求の範囲

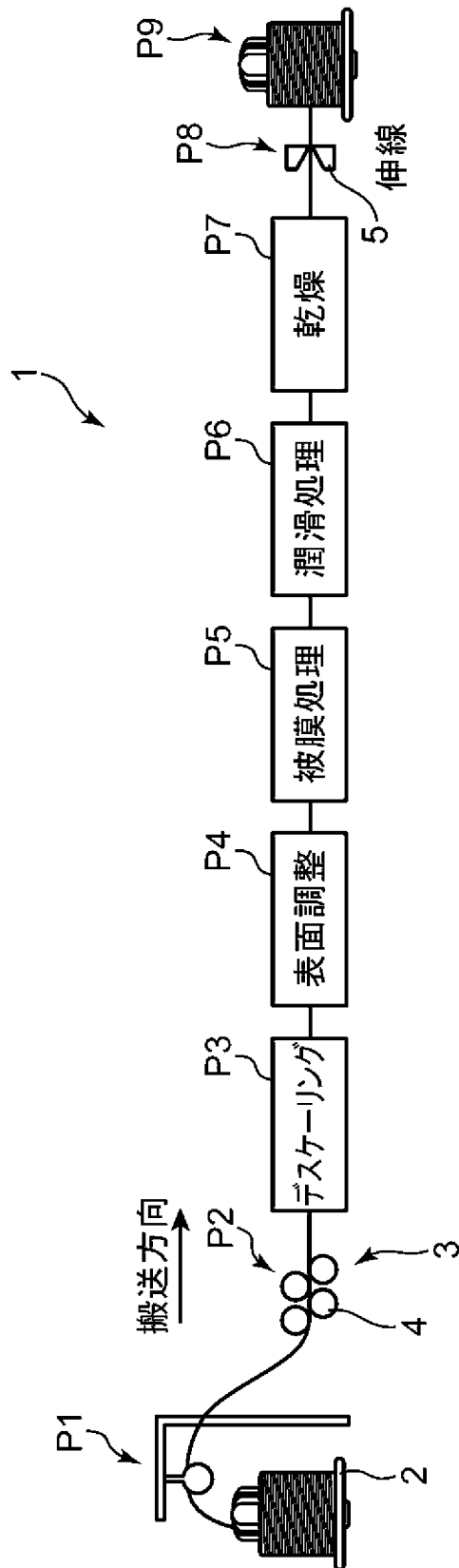
- [請求項1] 鋼線材の表面にリン酸亜鉛被膜を有する表面処理鋼線材であって、前記リン酸亜鉛被膜の付着量が $4.0 \sim 7.0 \text{ g/m}^2$ であり、リン酸亜鉛被膜中のリン酸亜鉛の平均結晶粒径が $70 \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする表面処理鋼線材。
- [請求項2] 前記リン酸亜鉛の平均結晶粒径が、 $40 \mu\text{m}$ 以下である請求項1に記載の表面処理鋼線材。
- [請求項3] 前記リン酸亜鉛被膜上に、さらに潤滑被膜を有する請求項1に記載の表面処理鋼線材。
- [請求項4] 請求項1に記載の表面処理鋼線材を製造する方法であって、
前記鋼線材の表面に対して研磨粒子を含むスラリーを噴射することにより、当該鋼線材の表面に付着したスケールを除去するデスケーリング工程、
前記デスケーリング工程を終えた前記鋼線材の表面を、当該表面の反応性を高めるための表面調整剤によって処理する表面調整工程、及び
前記表面調整工程を終えた前記鋼線材をリン酸亜鉛含有溶液に浸漬することにより前記鋼線材の表面にリン酸亜鉛被膜を形成する被膜処理工程、を含むことを特徴とする表面処理鋼線材の製造方法。
- [請求項5] 請求項3に記載の表面処理鋼線材を製造する方法であって、
前記鋼線材の表面に対して研磨粒子を含むスラリーを噴射することにより、当該鋼線材の表面に付着したスケールを除去するデスケーリング工程、
前記デスケーリング工程を終えた前記鋼線材の表面を、当該表面の反応性を高めるための表面調整剤によって処理する表面調整工程、
前記表面調整工程を終えた前記鋼線材をリン酸亜鉛含有溶液に浸漬することにより前記鋼線材の表面にリン酸亜鉛被膜を形成する被膜処理工程、及び

リン酸被膜を形成した後の鋼線材に対して潤滑剤で被覆する潤滑処理工程と、を含むことを特徴とする表面処理鋼線材の製造方法。

[請求項6] 前記潤滑剤で被覆する潤滑処理工程を行った後、潤滑剤を乾燥する工程を含む請求項5に記載の表面処理鋼線材の製造方法。

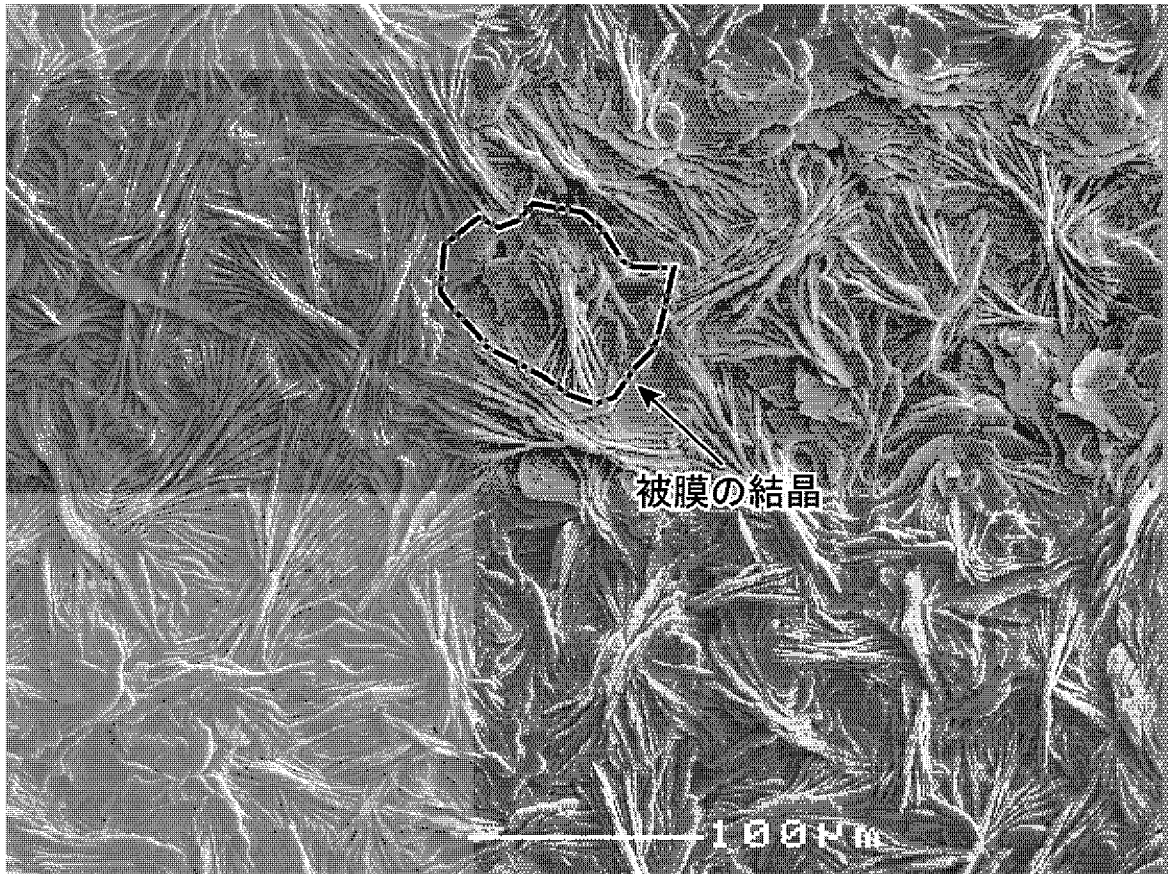
[請求項7] 前記デスケーリング工程、表面調整工程及び被膜処理工程を連続的に行う請求項4～6のいずれかに記載の表面処理鋼線材の製造方法。

[図1]



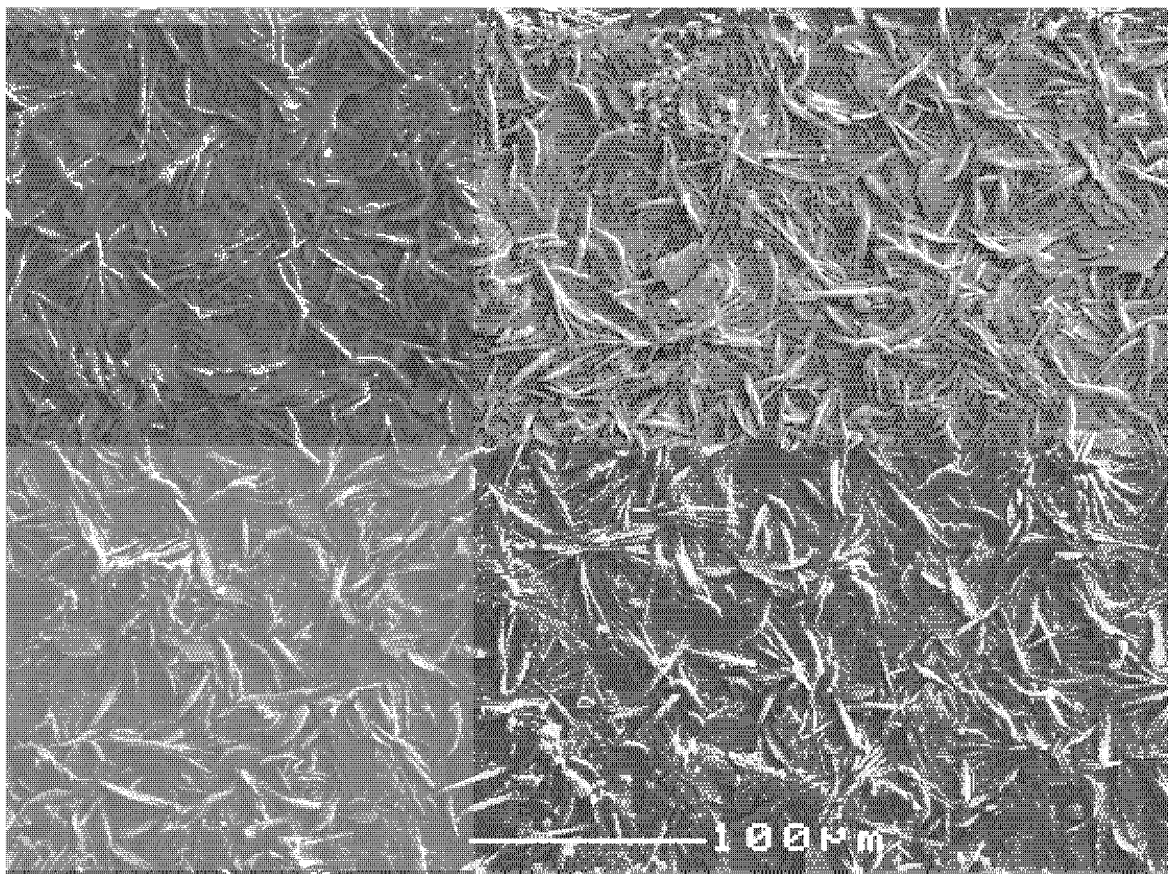
[図2]

付着量: 7.4g/m^2 、平均結晶粒径: $75\text{ }\mu\text{m}$

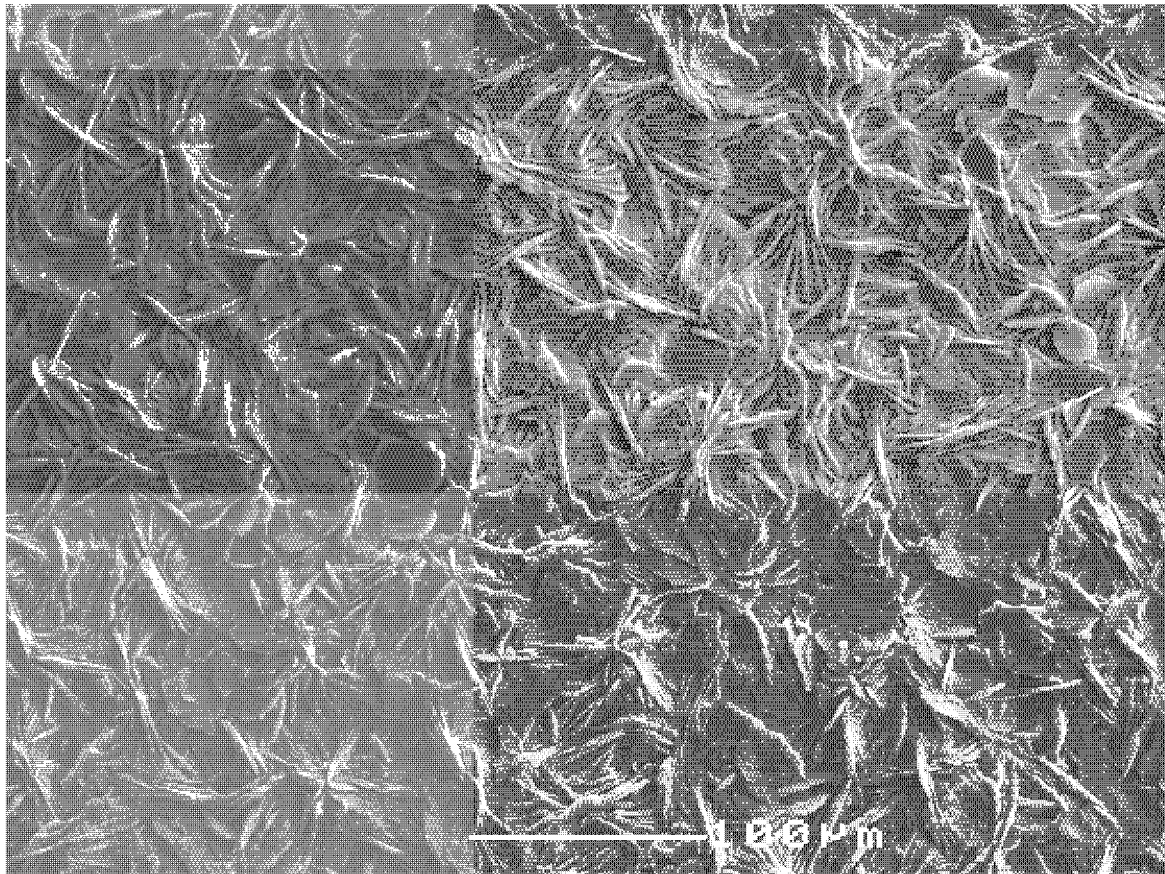


[図3]

付着量: 5.5g/m^2 、平均結晶粒径: $12\text{ }\mu\text{m}$



[図4]

付着量: 5.6 g/m^2 、平均結晶粒径: $55 \mu\text{m}$ 

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/012158

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C23C22/12, B21C9/00, C23C22/78, C23C22/82, C23C28/00

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)

C23C22/00, B21C9/00

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	1996-2017
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2017	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2017

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.
Y	JP 2015-193900 A (Kobe Steel, Ltd.), 05 November 2015 (05.11.2015), claim 1; paragraphs [0002] to [0004], [0026] to [0028], [0035] to [0038]; examples 5 to 8 & CN 106132573 A & KR 10-2016-0138245 A	1-7
Y	WO 2007/013626 A1 (Nippon Paint Co., Ltd.), 01 February 2007 (01.02.2007), claim 1; paragraphs [0036], [0155] to [0165]; examples 1, 3 to 4 & EP 1959031 A1 claim 1; paragraphs [0036], [0157] to [0169]; examples 1, 3 to 4 & CN 101233261 A	1-7

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"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
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
13 April 2017 (13.04.17)

Date of mailing of the international search report
16 May 2017 (16.05.17)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/012158

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2006-187789 A (Nippon Steel Corp.), 20 July 2006 (20.07.2006), claim 1; paragraphs [0010], [0042], [0044] to [0055]; example 1 (Family: none)	1-3 1-3

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. C23C22/12, B21C9/00, C23C22/78, C23C22/82, C23C28/00

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. C23C22/00, B21C9/00

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	1971-2017年
日本国実用新案登録公報	1996-2017年
日本国登録実用新案公報	1994-2017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
Y	JP 2015-193900 A（株式会社神戸製鋼所）2015.11.05, 請求項 1, 【0002】 - 【0004】, 【0026】 - 【0028】, 【0035】 - 【0038】 実施例 5-8 & CN 106132573 A & KR 10-2016-0138245 A	1-7
Y	WO 2007/013626 A1（日本ペイント株式会社）2007.02.01, 請求項 1, 【0036】, 【0155】 - 【0165】 実施例 1, 3-4 & EP 1959031 A1 Claim1, 【0036】, 【0157】 - 【0169】 Example 1, 3-4 & CN 101233261 A	1-7
X	JP 2006-187789 A（新日本製鐵株式会社）2006.07.20, 請求項 1, 【0010】, 【0042】, 【0044】 - 【0055】 実施例 1（ファミリーなし）	1-3
Y		1-3

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」国際出願日前で、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

13.04.2017

国際調査報告の発送日

16.05.2017

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（ISA/J P）

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）

長谷部 智寿

4 E

7877

電話番号 03-3581-1101 内線 3425