

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4175463号

(P4175463)

(45) 発行日 平成20年11月5日 (2008. 11. 5)

(24) 登録日 平成20年8月29日 (2008. 8. 29)

(51) Int. Cl. F I
C 2 3 G 1/08 (2006. 01) C 2 3 G 1/08
C 2 3 G 3/02 (2006. 01) C 2 3 G 3/02

請求項の数 23 (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2002-579536 (P2002-579536)	(73) 特許権者	503371616
(86) (22) 出願日	平成14年4月9日 (2002. 4. 9)		エイケイ・スチール・プロパティーズ・
(65) 公表番号	特表2004-524448 (P2004-524448A)		インコーポレイテッド
(43) 公表日	平成16年8月12日 (2004. 8. 12)		AK STEEL PROPERTIES
(86) 国際出願番号	PCT/US2002/011135		, INC.
(87) 国際公開番号	W02002/081777		アメリカ合衆国、オハイオ州、ミドルタウ
(87) 国際公開日	平成14年10月17日 (2002. 10. 17)		ン、カーティス・ストリート 705
審査請求日	平成16年10月25日 (2004. 10. 25)		705 Curtis Street,
(31) 優先権主張番号	60/282, 565		Middletown, OH 4504
(32) 優先日	平成13年4月9日 (2001. 4. 9)		3, U. S. A.
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100110423
			弁理士 曾我 道治
		(74) 代理人	100084010
			弁理士 古川 秀利

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ステンレス鋼等級のための過酸化水素酸洗計画

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

連続的様式におけるステンレス鋼帯の酸洗方法であって、

a. 硫酸及びフッ化水素酸からなる予備酸洗水溶液を含有する予備酸洗槽を加熱し、前記予備酸洗槽において前記帯を浸漬する工程と、

b. a工程の後に、硫酸、フッ化水素酸及び安定化過酸化水素からなる酸洗水溶液を含有する酸洗槽において前記帯を浸漬する工程と、

c. b工程の前記酸洗水溶液から熱を除去する工程を含む方法。

【請求項 2】

熱交換器が前記酸洗槽の外部にあり且つこれに連結されており、いつでも、前記酸洗槽からの酸洗水溶液の一部が、前記熱交換器を通して送られ、結果として生じた酸洗水溶液が、前記酸洗槽の内側に位置した少なくとも一つの入口を通して前記酸洗槽の中に戻るよう、前記熱交換器が再循環環状管に配置されている請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記酸洗槽における安定化過酸化水素の濃度が、5 g / L ~ 50 g / Lである請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記酸洗槽における安定化過酸化水素の濃度が、5 g / L ~ 10 g / Lである請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記帯が、a 工程の後で、且つ前記酸洗槽における浸漬の前に、こすり洗いされる請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記帯が、こすり洗いされる前に、過酸化水素、硫酸及びフッ化水素酸からなる水溶液を含有するスマット除去槽において浸漬される請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】

前記予備酸洗槽における水溶液が、 $90\text{ g/l} \sim 200\text{ g/l}$ の硫酸と、 $10\text{ g/l} \sim 60\text{ g/l}$ のフッ化水素酸とからなる請求項 6 に記載の方法。

【請求項 8】

前記予備酸洗槽における水溶液が、 $54^\circ\text{C} \sim 77^\circ\text{C}$ の温度に維持される請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

前記酸洗槽における硫酸が、 $20\text{ g/l} \sim 60\text{ g/l}$ の濃度を有し、且つ前記酸洗槽におけるフッ化水素酸が、 $2\text{ g/l} \sim 50\text{ g/l}$ の濃度を有する請求項 8 に記載の方法。

【請求項 10】

前記酸洗槽における水溶液が、 $20^\circ\text{C} \sim 60^\circ\text{C}$ の温度に維持される請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

前記酸洗槽における水溶液が、 $35^\circ\text{C} \sim 50^\circ\text{C}$ の温度に維持される請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

前記酸洗槽からのオーバーフロー溶液が、前記スマット除去槽中に導かれる請求項 6 に記載の方法。

【請求項 13】

前記熱交換器及び濾過装置が酸洗槽の外部にあり且つこれに連結される請求項 2 に記載の方法。

【請求項 14】

連続的様式における熱間圧延及び焼きなまししたステンレス鋼帯の酸洗方法であって、

a. 硫酸及びフッ化水素酸からなる水溶液を含有する予備酸洗槽を加熱し、前記予備酸洗槽において前記帯を浸漬する工程と、

b. a 工程の後に、硫酸、フッ化水素酸及び 5 g/l から 10 g/l 未満の過酸化水素からなる水溶液を含有する酸洗槽において前記帯を浸漬する工程と、

c. b 工程の前記酸洗水溶液から熱を除去する工程とを含む方法。

【請求項 15】

前記帯が、a 工程の後で、且つ前記酸洗槽における浸漬の前に、こすり洗いされる請求項 14 に記載の方法。

【請求項 16】

前記帯が、こすり洗いされる前に、過酸化水素、硫酸及びフッ化水素酸からなる水溶液を含有するスマット除去槽において浸漬される請求項 15 に記載の方法。

【請求項 17】

前記予備酸洗槽における水溶液が、 $90\text{ g/l} \sim 200\text{ g/l}$ の硫酸と、 $10\text{ g/l} \sim 60\text{ g/l}$ のフッ化水素酸とからなる請求項 16 に記載の方法。

【請求項 18】

前記予備酸洗槽における水溶液が、 $54^\circ\text{C} \sim 77^\circ\text{C}$ の温度に維持される請求項 17 に記載の方法。

【請求項 19】

前記酸洗槽における硫酸が、 $20\text{ g/l} \sim 60\text{ g/l}$ の濃度を有し、且つ前記酸洗槽におけるフッ化水素酸が、 $2\text{ g/l} \sim 50\text{ g/l}$ の濃度を有する請求項 18 に記載の方法。

10

20

30

40

50

【請求項 20】

前記酸洗槽における水溶液が、20℃～60℃の温度に維持される請求項19に記載の方法。

【請求項 21】

前記酸洗槽における水溶液が、35℃～50℃の温度に維持される請求項20に記載の方法。

【請求項 22】

前記酸洗槽からのオーバーフロー溶液が、前記スマット除去槽中に導かれる請求項21に記載の方法。

【請求項 23】

濾過装置及び熱交換器が前記酸洗槽の外部にあり且つこれに連結されており、いつでも前記酸洗槽からの酸洗水溶液の一部が、前記濾過装置及び熱交換器を通して送られ、結果として生じた水溶液が、前記酸洗槽の内側に位置した少なくとも一つの入口を通して前記酸洗槽の中に戻るように、前記濾過装置及び熱交換器が、再循環環状管に配置されている請求項22に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本出願は、2001年4月9日出願のVijay N. Madi、Jerald W. Leeker及びClayton A. Van Scoyによる米国仮特許出願第60/282,565に基づき、且つ優先権を主張する。

【0002】

本発明は、鉄合金鋼（ステンレス鋼）の酸洗方法に関する。より詳細には、本発明は、過酸化水素を含有する酸洗溶液を使用する熱間圧延及び焼きなましをしたステンレス鋼帯（strip）の酸洗方法に関する。

【背景技術】

【0003】

ステンレス鋼帯の焼きなましは、結果として鋼の表面において酸化物を形成し得る。鉄、クロム、ニッケル及び他の関連した金属酸化物を含んだこれらの酸化物は、鋼を利用する前に除去されなければならない。しかしながら、ステンレス鋼の酸化物は、普通の酸処理のほとんどに対して耐性である。これらの酸化物は母体金属にしっかりと付着するので、酸洗よりも前にこれら酸化物をゆるめ且つ表面を多孔にするために、ショットブラスティング、鋼帯のロールベンディング又はレベリング、或いは電解質及び／又は熔融塩浴処理のような機械的スケールのクラッキングを要求する。伝統的に、ステンレス鋼の表面における酸化物は、フッ化水素酸と協力して硝酸を使用することによって、除去又は「酸洗淨（pickle off）」されてきた。

硝酸の使用を排除するステンレス鋼の酸洗方法が望まれている。

【発明の開示】

【課題を解決するための手段】

【0004】

〔発明の概要〕

本発明は、連続的様式で熱間圧延と熱間圧延及び焼きなましと冷間圧延及び焼きなましをしたステンレス鋼帯の酸洗方法に関する。その方法は、硫酸及びフッ化水素酸からなる水溶液を含む予備酸洗槽において、ステンレス鋼帯を浸漬することを含む。その帯は、次いで、硫酸、フッ化水素酸及び過酸化水素からなる水溶液を含む酸洗槽において浸漬される。一つの実施形態において、予備酸洗槽（図1の槽1）は、約90g/l～約200g/lの硫酸と、約10g/l～60g/lのフッ化水素酸とを含む。予備酸洗槽における水溶液は、約54℃～約77℃の温度に維持される。酸洗槽（図1の槽3）には、安定化過酸化水素、硫酸及びフッ化水素酸の混合物が含まれる。特定の実施形態において、酸洗槽（図1の槽3）には、約5g/l～約50g/lの濃度の安定化過酸化水素と、約2

10

20

30

40

50

0 g / l ~ 約 60 g / l の濃度の硫酸と、約 2 g / l ~ 約 50 g / l の濃度のフッ化水素酸との混合物が含まれる。他の実施形態において、安定化過酸化水素の濃度は、約 20 g / l ~ 約 40 g / l である。好ましい実施形態において、安定化過酸化水素の濃度は、約 25 g / l ~ 約 35 g / l である。他の実施形態において、過酸化水素の濃度は、約 5 g / l から 10 g / l 未満である。酸洗槽における水溶液は、約 20 °C ~ 約 60 °C の温度、好ましくは約 35 °C ~ 約 50 °C の温度に維持される。

【0005】

酸洗槽においてステンレス鋼を浸漬するよりも前に、帯は、好ましくはスクラバーブラシ機(scrubber-brush machine)を使用することによって、こすり洗いされてもよい。加えて、こすり洗いされる前に、帯はスマット除去槽において浸漬されてもよい。スマット除去槽は、過酸化水素、硫酸及びフッ化水素酸からなる水溶液を含み、それは、スマット除去槽の中に戻るような酸洗槽からのオーバーフロー酸洗水溶液である。

10

【0006】

別の実施形態において、濾過装置及び熱交換器は、酸洗槽の外部にあり且つ酸洗槽に連結されている。濾過システム及び熱交換器は、酸洗槽からの水溶液の一部が、いつでも濾過装置及び熱交換器を通して送られるように、再循環環状管(re-circulating loop)に配置されている。結果として生じた水溶液は、酸洗槽の内部に配置された少なくとも一つのノズルを通して酸洗槽の中に戻る。

【0007】

[発明の開示]

20

本発明は、連続的様式で熱間圧延と熱間圧延及び焼きなましと冷間圧延及び焼きなましとをしたステンレス鋼帯の酸洗方法に関する。その方法は、少なくとも一つの予備酸洗槽と、少なくとも一つの酸洗槽とを含み、任意に、スクラバーブラシ槽とスマット除去槽と濾過ユニットと熱交換器とを含む。基本的な模式図(図1)では、鋼帯は、まず少なくとも一つの予備酸洗槽(図1の槽1)中に浸漬される。予備酸洗槽(図1の槽1)に含まれる水溶液は、硫酸及びフッ化水素酸の混合物で構成されている。一つの実施形態において、硫酸は約 90 g / l ~ 約 200 g / l の濃度、及びフッ化水素酸は約 10 g / l ~ 60 g / l の濃度である。この水溶液は、約 54 °C ~ 約 77 °C の高温で維持される。酸洗槽(図1の槽3)には、安定化過酸化水素、硫酸及びフッ化水素酸の混合物が含まれる。特定の実施形態において、酸洗槽(図1の槽3)には、約 5 g / l ~ 約 50 g / l の濃度の安定化過酸化水素と、約 20 g / l ~ 約 60 g / l の濃度の硫酸と、約 2 g / l ~ 約 50 g / l の濃度のフッ化水素酸との混合物が含まれる。他の実施形態において、安定化過酸化水素の濃度は、約 20 g / l ~ 約 40 g / l である。好ましい実施形態において、安定化過酸化水素の濃度は、約 25 g / l ~ 約 35 g / l である。他の実施形態において、過酸化水素の濃度は、約 5 g / l ~ 10 g / l 未満である。この酸洗槽は、約 20 °C ~ 約 60 °C の温度、好ましくは約 35 °C ~ 約 50 °C の温度範囲に維持される。

30

【0008】

図1における基本的な酸洗方法に関して示された実施形態に加えて、さらなる任意の工程が本酸洗方法に追加されてもよい。一つの実施形態は、酸洗方法へのスクラバーブラシ槽及びスマット除去槽の追加を含む。スクラバーブラシ槽は、ステンレス鋼帯から少なくとも一部分の酸化物(スケール)を機械的に除去する役割を果たす。スマット除去槽(図2の槽2)は、槽3からの酸洗水溶液オーバーフローを受け取る。スマット除去槽では、槽1から受け取った鋼帯上の酸化物は、過酸化水素含有酸洗水溶液と反応し始め得る。その後のスクラバーブラシ工程(図2のスクラバーブラシー1)は、帯表面から酸化物を機械的に除去する。これらの追加工程は、多量の酸化物が槽3に入り込むことを防止する。

40

【0009】

基本的な酸洗方法のさらなる実施形態は、図3に示されている。槽3における酸洗方法は、発熱反応である。酸洗方法により生じた熱は、槽においてゆるんだ酸化物粒子と酸洗水溶液との反応に一部よるものかもしれない。従って、槽3における温度の上昇及び過酸化水素の劣化を最小限にするために、ゆるんだ酸化物粒子を酸洗槽の外側に保持し、槽温

50

度を54℃未満、好ましくは43℃未満に制御することが望ましい。

【0010】

これは、槽3に連結された濾過装置と熱交換器との使用により達成される。濾過装置及び熱交換器は、いつでも槽3からの酸洗水溶液の一部が、濾過装置及び熱交換器を通して送られ、結果として生じた酸洗水溶液は、少なくとも一つのノズル（図3のエダクター（eductor）として示される）を通して酸洗槽（槽3）の中に分配して戻るように、再循環環状管に配置されている。

【実施例】

【0011】

10

（実施例1）

以下の熱間圧延ステンレス鋼は、連続焼きなまし酸洗ラインにおいて処理された。下記の条件ごとの酸洗の前に、鋼は合金に依存する適切な温度で焼きなましされ、その後、鋼ショットブラッシング装置を使うことによって機械的にスケール除去された。鋼帯表面は、また槽1の後にスクラビングにもかけられた。この方法は、硝酸を使用する酸洗システムに匹敵する生産率で、良質な鋼を生産した。

【0012】

【表1】

ステンレス鋼 の型	槽-1 (予備酸洗処理)			槽-3 (最終処理)			
	H ₂ SO ₄ g/l	HF g/l	温度 ℃	H ₂ SO ₄ g/l	HF g/l	H ₂ O ₂ g/l	温度 ℃
熱間圧延 304	170	50	77	60	30	30	49
熱間圧延 409	147	33	76	24	7	37	38

20

30

【0013】

（実施例2）

以下の冷間圧延ステンレス鋼は、連続焼きなまし酸洗ラインにおいて処理された。下記の条件ごとの酸洗の前に、下記の条件ごとの酸洗の前に、鋼は合金に依存する適切な温度で焼きなましされ、その後、その酸化物は、溶融塩浴において処理することによって調節された。帯は、槽-2において、中間スマット除去処理にもかけられた。帯表面は、またスマット除去工程の後に、ブラシでこすり洗いもされた。槽-3における酸洗溶液は、熱交換器により制御された温度及び濾過にもかけられた。その方法は、硝酸を使用する酸洗システムに匹敵する生産率で、商業的に許容可能な良質な鋼を生産した。

【0014】

40

【表 2】

ステンレス鋼 の型	槽-1 (予備酸洗処理)			槽-3 (最終処理)			
	H ₂ SO ₄ g/l	HF g/l	温度 ℃	H ₂ SO ₄ g/l	HF g/l	H ₂ O ₂ g/l	温度 ℃
冷間圧延 316	90	40	71	45	20	24	41
冷間圧延 409	90	40	71	45	4	27	35
冷間圧延 439	90	40	71	45	35	25	46

10

【図面の簡単な説明】

【0015】

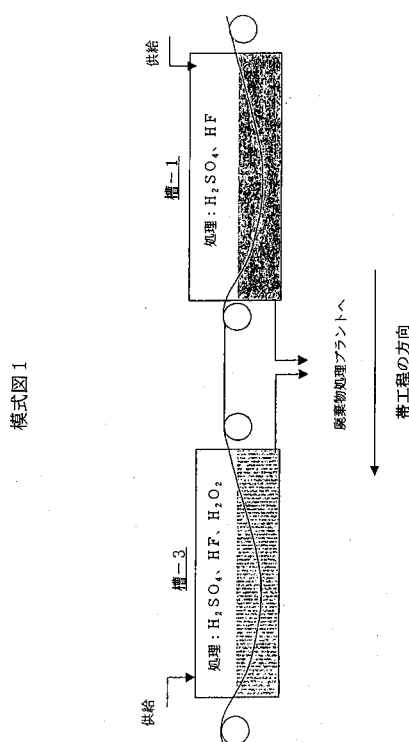
【図1】 模式図1：ステンレス鋼の過酸化水素酸洗に関する基本的な二槽模式図である。

【図2】 模式図2：スクラバーブラシ機へと続くスマット除去槽の中間処理を用いたステンレス鋼の過酸化水素酸洗に関する模式図である。

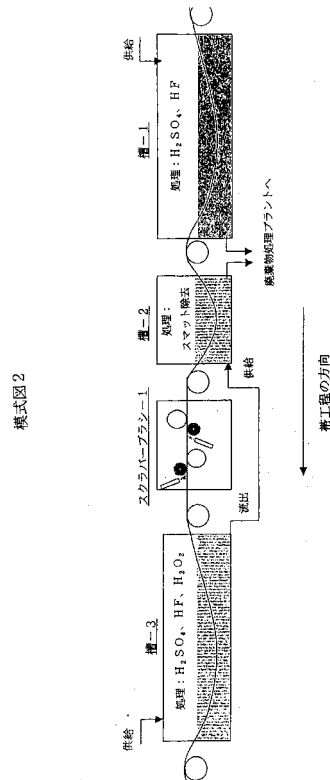
20

【図3】 模式図3：スクラバーブラシ機へと続くスマット除去槽の中間処理を用いたステンレス鋼の過酸化水素酸洗に関する模式図であり、ここで槽3には、濾過ユニットと熱交換器を備えられている。

【図 1】

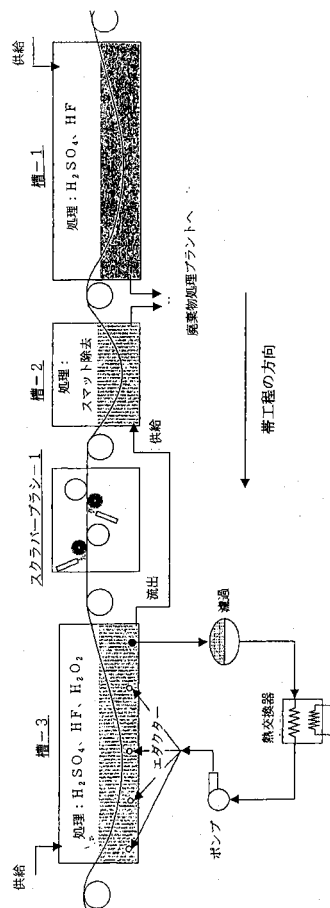


【図 2】



【図 3】

模式図 3



フロントページの続き

- (74)代理人 100094695
弁理士 鈴木 憲七
- (74)代理人 100111648
弁理士 梶並 順
- (74)代理人 100118072
弁理士 醍醐 美知子
- (72)発明者 マディ、ヴィージェイ・エヌ
アメリカ合衆国、オハイオ州、フェアフィールド、サウス・ティンバー・ホロー・ドライブ 60
0、#628
- (72)発明者 リーカー、ジェラルド・ダブリュ
アメリカ合衆国、オハイオ州、トレントン、ウエストビュー・アベニュー 426
- (72)発明者 ヴァンスコイ、クレイトン・エイ
アメリカ合衆国、ペンシルベニア州、バトラー、ベルモント・ロード 602

審査官 瀬良 聡機

- (56)参考文献 特開平11-172477 (JP, A)
特開平06-212463 (JP, A)
特開平09-003673 (JP, A)
特開2000-192271 (JP, A)
特開平08-319592 (JP, A)
特開平05-261425 (JP, A)
特開平10-306391 (JP, A)
特開2001-011655 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C23G 1/00-5/06
C23F 1/00-4/04
C22C 38/00