



⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **8004889**

Nederland

⑲ NL

- ⑤4 **Werkwijze voor het verwijderen van de oxydehuid van roestvrij staal.**
- ⑤1 Int.Cl.: C23G1/08.
- ⑦1 Aanvrager: Fagersta AB te Fagersta, Zweden.
- ⑦4 Gem.: Ir. F.X. Noz c.s.
Algemeen Octrooibureau
Boschdijk 155
5612 HB Eindhoven.

-
- ②1 Aanvraag Nr. 8004889.
- ②2 Ingediend 29 augustus 1980.
- ③2 Voorrang vanaf 13 september 1979.
- ③3 Land van voorrang: Zweden (SE).
- ③1 Nummer van de voorrangsaanvraag: 7907610 .
- ②3 - -
- ⑥1 - -
- ⑥2 - -

-
- ④3 Ter inzage gelegd 17 maart 1981.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Aanvrager: Fagersta AB, Fagersta, Zweden.

Korte aanduiding: Werkwijze voor het verwijderen van de oxydehuid van roestvrij staal.

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het verwijderen van de oxydehuid van een voorwerp van heet gerold roestvrij staal, dat 5 een koelbewerking heeft ondergaan direct na het laatste rollenpaar in de rollenmolen.

Bij het heet rollen en het daarop volgend gloeien van roestvrij stalen produkten, zoals gerolde draad, wordt een dunne laag metaaloxys, de zogenaamde oxydehuid, gevormd op het oppervlak van het gerolde produkt. 10 Deze huid moet worden verwijderd voordat een verder bewerking wordt uitgevoerd op het gerolde produkt.

Een meestal toegepaste werkwijze voor het verwijderen van deze huid is een bijtbewerking met behulp van HF/HNO_3 of een combinatie van HF/HNO_3 en HCl . Het gebruik van HF/HNO_3 als bijtmiddel brengt problemen met 15 zich mee met betrekking tot de milieuverontreiniging, doordat gassen met stikstofoxyden worden gevormd tijdens het beitsen. Bovendien ontstaan problemen met betrekking tot het lozen van de gebruikte vloeistoffen in de baden door de verontreiniging van het oppervlaktewater.

Een heet gerold roestvrij stalen produkt van het type zoals bedoeld 20 volgens de uitvinding, te weten een produkt dat op een bepaalde wijze krachtig is gekoeld direct na het laatste rollenpaar van de rollenmolen, welke afkoeling is bewerkstelligd met water en/of lucht, heeft een fijnkorrelige structuur en is zeer sterk en zeer ductiel. Het oxyde of de huid van dit produkt, te weten de gerolde draad, kan niet enkel worden verwijderd met 25 behulp van HF/HNO_3 , hetgeen het meest toegepaste zure mengsel is ter verwijdering van de oxydehuid van roestvrij staal.

Het oxyde van het direct gekoelde, gerolde produkt is namelijk zodanig dat er een speciale bewerking noodzakelijk is om deze huid te verwijderen namelijk a) een bijtbewerking in een reducerend of oxyderend zout- 30 bad, eventueel gevolgd door een bijtbehandeling in een oxyderend alkalibad en een laatste bijtbewerking in HF/HNO_3 of een combinatie van een beitsbewerking in HF/HNO_3 en HCl , of b) een bijtbewerking in HCl , mogelijk gevolgd door bijten in HF/HNO_3 , bijten in een reducerend of oxyderend zoutbad en tenslotte bijten in HCl . De doelstelling volgens de uitvinding is het ver- 35 krijgen van een werkwijze ter verwijdering van de oxydehuid van het direct afgekoelde roestvrij stalen produkt, zoals een gerolde draad, met behulp

8004889

van een eenvoudiger, goedkoper en milieuvriendelijker chemisch procédé.

Dit wordt bewerkstelligd door het toepassen van een werkwijze volgens de uitvinding en deze wordt hierdoor gekenmerkt dat het gerolde produkt gedurende 1-120 minuten wordt ondergedompeld in een verdunde oplossing van zwavelzuur met een concentratie van 25-1200 g zwavelzuur per liter afbijtmiddel, terwijl de temperatuur wordt gehouden op 40-100 °C.

Volgens een voorkeursuitvoering wordt de concentratie van het zwavelzuur gehouden op 200-400 g/liter bijtmiddel. Volgens een andere voorkeursuitvoering wordt de temperatuur van de bijtvlloeistof op 65-85 °C en 10 verder wordt het heet gerolde roestvrij stalen produkt bij voorkeur onderworpen aan een behandeling gedurende 10-20 minuten.

De werkwijze voor het verwijderen van de oxydehuid op gerolde produkten volgens de uitvinding heft volledig het probleem op aangaande het ontstaan van nitreuze dampen die verkregen worden bij de bewerking met 15 HF/HNO₃, terwijl het afvoeren van de gebruikte vloeistof aanzienlijk wordt vereenvoudigd.

Naast de voordelen met betrekking tot de milieuverontreiniging, die verkregen worden met de werkwijze volgens de uitvinding, worden ook de toxicologische risico's verlaagd, terwijl verder de toe te passen werkwijze 20 eenvoudiger is omdat het bijtbad eenvoudiger kan worden bewerkt doordat de uit te voeren analyse en het toevoeren van additieven eenvoudiger kan worden uitgevoerd en het afvoeren van de verwijderde oxydelaag eenvoudiger en beter kan plaatshebben. Bovendien worden economische voordelen verkregen, omdat zwavelzuur een goedkoop mineraal zuur is en het verwerken en terugwin- 25 nen van metalen, zoals ijzer, chroom en nikkel, uit de gebruikte bijtvlloeistof eenvoudiger is, evenals de zuivering van de gassen, zoals zwavelzuurdamp, eenvoudig kan worden uitgevoerd. De werkwijze volgens de uitvinding wordt nader toegelicht aan de hand van de volgende voorbeelden en een vergelijkend voorbeeld, welk vergelijkend voorbeeld buiten de beschermings- 30 omvang valt.

De uitvinding is gebaseerd op het feit dat de oxydesamenstelling op de direct afgekoelde gerolde produkten, zoals gerolde draad, afwijkend is van de oxydesamenstelling van de conventionele verwarmde draad, zowel wat betreft het gehalte aan metaaloxys als de laagdikte en daarom kan deze 35 verwijderd worden met zwavelzuur.

Bij laboratoriumproeven die zijn uitgevoerd ter verwijdering van de oxydelaag van direct gekoelde gerolde draad van roestvrij staal van het

8004889

type SIS 2332, werd de draad ondergedompeld in een 2M H_2SO_4 -oplossing bij een temperatuur van 85 °C gedurende 10 minuten. Tijdens deze behandeling werd een hevige reactie bewerkstelligd in de oplossing onder ontwikkeling van gas. Het aldus verkregen gas was waterstof. Wanneer de draad uit de H_2SO_4 -oplossing werd verwijderd, kon de aantasting van de oxydelaag met het blote oog worden waargenomen, evenals een verandering van de tint. Na een daarop volgend wassen met water onder hoge druk werd het zeer verrassende resultaat verkregen, dat de draad volledig vrij was van de oxydehuid en een metallisch zuiver oppervlak was verkregen. De oxydelaag die tot 90% achterbleef op het draadoppervlak na de behandeling met H_2SO_4 kon worden verwijderd met behulp van een wasbewerking met water onder hoge druk of door een ultrasone behandeling in water. Het slib dat zodoende werd verzameld op de bodem van de houder waarin de wasbewerking werd uitgevoerd kon na enkele uren worden afgescheiden en kon zodoende makkelijk worden verwijderd, bijvoorbeeld door decantatie. Een aantal verdere experimenten is uitgevoerd bij verschillende H_2SO_4 -concentraties en verschillende soorten direct gekoelde roestvrij stalen draden met vergelijkbare resultaten, als hierboven is aangegeven. Twee voorbeelden van dergelijke experimenten zijn hieronder vermeld, evenals een vergelijkend voorbeeld.

20 Voorbeeld I

Een mengsel van 100 ml 5M H_2SO_4 werd bereid in een bekerglas van 150 ml. Het mengsel werd verwarmd tot 75 °C en een aantal teststukken van direct gekoeld roestvrij staal in de vorm van gerolde draad, werd hierin ondergedompeld gedurende 15 minuten als een afbijtbehandeling. De kwaliteit van de draad was SIS 2320, 2332, 2340, 2343 en AISI 308L. Door het hierna uitvoeren van een wasbewerking met water onder een hoge druk, werden de draadstukken vrijgemaakt van de oxydelaag.

Voorbeeld II

Een mengsel van 100 ml 5M H_2SO_4 werd bereid in een bekerglas van 150 ml. Het mengsel werd verwarmd tot een temperatuur van 75 °C en een aantal roestvrij stalen gegloeide draadstukken werden hierin ondergedompeld gedurende 15 en 120 minuten. De kwaliteit van de draad was SIS 2320, 2332, 2340, 2343 en AISI 308L. Door het hierop volgend wassen met water onder hoge druk bleek dat 90% van het oxyde achterbleef op het oppervlak van de draad.

Voorbeeld III

Vier draadspiraalen met een gewicht van 300 kg per spiraal van

8004889

direct gekoeld roestvrij staal met een diameter van 5,60 tot 8,0 mm, werden onderworpen aan een onderdompeling in een bad met een concentratie van 5M H_2SO_4 en een inhoud van 5000 liter bij een temperatuur van 75 °C. De kwaliteit van de draad was SIS 2320, 2332, 2340, 2343 en AISI 308L.

5 Na een onderdompeling gedurende 15 minuten in het afbijtbad en het daarop volgend wassen met water onder hoge druk, waren de spiraaldraden vrij van het oxyde. Een totaal van 200 ton van de bovenvermelde kwaliteit die direct gekoeld waren, werden ook met zeer goede resultaten behandeld. Om vast te stellen of het verkregen resultaat werd bewerkstelligd door het
10 gebruik van zwavelzuur, werden een aantal experimenten uitgevoerd met verschillende combinaties van minerale zuren, zoals zoutzuur, salpeterzuur en fosforzuur. Dezelfde goede resultaten die bewerkstelligd zijn met H_2SO_4 , werden echter niet verkregen met een van de ander experimentele combinaties.

Verder zijn een aantal experimenten uitgevoerd om het oxyde te
15 verwijderen van diverse roestvrij staalsoorten die op verschillende wijzen zijn gegloeid onder toepassing van H_2SO_4 , doch de resultaten waren slecht indien andere gloeibewerkingen en koelbewerkingen werden uitgevoerd dan volgens de uitvinding. Gewoonlijk bleef ongeveer 90% van het oxyde achter.

De in de praktijk uitgevoerde experimenten zijn een ondersteuning
20 voor de technische mogelijkheden om deze werkwijze in de praktijk toe te passen.

-Conclusies-

8004889

CONCLUSIES

1. Werkwijze voor het verwijderen van de oxydehuid van een voorwerp van heet gerold roestvrij staal, dat een koelbewerking heeft ondergaan direct na het laatste rollenpaar in de rollenmolen, met het kenmerk, 5 dat het gerolde produkt gedurende 1-120 minuten wordt ondergedompeld in een verdunde oplossing van zwavelzuur met een concentratie van 25-1200 g zwavelzuur per liter afbijtmiddel, terwijl de teperatuur wordt gehouden op 40-100 °C.
2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de cori- 10 centratie van het zwavelzuur wordt gehouden op 200-400 gr/liter bijtvloeistof.
3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat de temperatuur van de oplossing wordt gehouden op 65-85 °C.
4. Werkwijze volgens conclusie 1-3, met het kenmerk, dat de on- 15 derdompeling plaatsheeft gedurende 5-20 minuten.
5. Werkwijze volgens conclusie 1-4, met het kenmerk, dat na de onderdompeling in het bad met H_2SO_4 het voorwerp wordt bespoten met water onder druk of onderworpen aan een ultrasone behandeling in water.

8004889