



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 199 41 734 B4** 2004.04.08

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **199 41 734.2**
(22) Anmeldetag: **01.09.1999**
(43) Offenlegungstag: **15.03.2001**
(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **08.04.2004**

(51) Int Cl.7: **C23G 3/00**
C25F 1/00

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden.

(71) Patentinhaber:
Siemens AG, 80333 München, DE

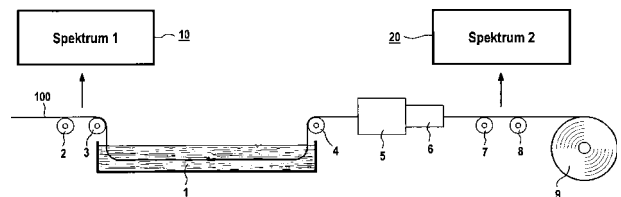
(72) Erfinder:
Löffler, Hans Ulrich, Dr., 91054 Erlangen, DE;
Furumoto, Herbert, Dr., 91052 Erlangen, DE

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:
DE 197 43 022 A1
Patents Abstracts of Japan C-305, 1985, Vol. 9,
No. 237, 60-96778 (A);
Patents Abstracts of Japan C-292, 1985, Vol. 9,
No. 175, 60-46382 (A);

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Prozessführung und Prozessoptimierung beim Beizen eines Stahlbandes**

(57) Hauptanspruch: Verfahren zur Prozessführung beim Beizen von Stahlbändern, das folgende Verfahrensschritte umfasst:

- Das Stahlband wird einer Infrarot-Strahlung oder einer Röntgen-Strahlung ausgesetzt;
- die von der Oberfläche des Stahlbandes reflektierte Infrarot-Strahlung bzw. die durch das Stahlband hindurchtretende Röntgen-Strahlung wird als Spektrum online gemessen und ausgewertet;
- es werden die Bereiche erkannt, in denen das Stahlband mit einer Oxidschicht (Zunder) bedeckt ist, wobei der Verzunderungsgrad für die einzelnen Eisenoxide (FeO , Fe_2O_3 , Fe_3O_4) ermittelt wird;
- durch Aufintegration der Messergebnisse wird der Verzunderungsgrad in Längs- und/oder Querrichtung berechnet;
- in Abhängigkeit vom Verzunderungsgrad werden geeignete Prozesssteuer- und/oder Regelgrößen zur Prozessoptimierung abgeleitet oder eine Online-Adaption der Prozessmodelle durchgeführt.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Prozessführung und Prozessoptimierung beim Beizen eines Stahlbandes.

Stand der Technik

[0002] Die Bearbeitung von Stahlbändern erfolgt im Walzwerk unter normaler Atmosphäre, so dass bei der Herstellung des Warmbandes Oxide auf der Bandoberfläche entstehen. Dies wird in der Praxis pauschal als Verzunderung bezeichnet. Die Oxide bei Eisen sind im wesentlichen FeO, Fe₂O₃ und Fe₃O₄. Diese Oxide werden in der Fachwelt als Wüstit (FeO), als Hämatit (Fe₂O₃) und als Magnetit(Fe₃O₄) bezeichnet.

[0003] In der Praxis gibt es verschiedene Möglichkeiten für den Entzunderungsprozess. Beispielsweise kann eine mechanische Entzunderung durch Abspringen des Zunders oder eine chemische Entzunderung durch Lösen des Zunders in Säure erfolgen. Speziell letzterer Vorgang wird als Beizen bezeichnet. Dafür wird das Stahlband durch ein Beizbad geführt und anschließend gespült und getrocknet.

[0004] Die Beizezeit hängt in der Praxis von verschiedenen Parametern ab. Um einen möglichst hohen Durchsatz im Produktionsprozess zu erzielen, soll die Beizezeit so kurz wie möglich gehalten werden.

[0005] Durch die DE 197 43 022 A1 ist ein Verfahren zum Beizen eines Metallbandes bekannt. Das Beizergebnis, das von Beizparametern abhängig ist, wird mittels eines optischen Messgerätes gemessen und zumindest ein Beizparameter wird in Abhängigkeit von der Messung des Beizergebnisses im Sinne einer Verbesserung des Beizergebnisses automatisch verändert. Die auf dem Metallband gemessenen Defekte und/oder nicht abgebeizten Stellen auf dem Metallband werden hierzu klassifiziert, gezählt und bewertet. Die Bewertung erfolgt mittels eines Fuzzy-Bewerter, mittels eines neuronalen Netzes oder mittels eines Neuro-Fuzzy-Bewerter.

[0006] Weiterhin ist durch die JP 60-96778 A ein Verfahren zum Entzundern von kaltgewalzten Chromstahlbändern bekannt. Im bekannten Fall wird Licht mit einer einzigen Wellenlänge auf das Chromstahlband eingestrahlt und dessen reflektierter Anteil gemessen. Der reflektierte Anteil des eingestrahlichten Lichtes dient als Steuer- bzw. Regelgröße zum Entzundern.

[0007] Ferner ist in der JP 60-46382 A ein Verfahren zur Bewertung eines entzundernten Stahlbandes beschrieben, bei dem Licht mit zwei verschiedenen Wellenlängen auf des Stahlband eingestrahlt und von diesem reflektiert wird. Das reflektierte Licht wird von einem halbdurchlässigen Spiegel entweder nochmals reflektiert oder durchstrahlt diesen. Sowohl der am halbdurchlässigen Spiegel reflektierte Anteil als auch der am halbdurchlässigen Spiegel transmittierte Anteil werden jeweils von einem Detektor erfasst,

dessen Signale einer Auswerteinrichtung zugeführt werden.

Aufgabenstellung

[0008] Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren anzugeben, mit dem das Vorliegen von Zunder auf einem Stahlband erfasst und die Entzunderung direkt im laufenden Prozess bestimmt werden kann.

[0009] Die Aufgabe ist erfindungsgemäß bei einem Verfahren der eingangs genannten Art durch die Abfolge der Schritte gemäß Patentanspruch 1 gelöst.

[0010] Vorteilhafte Weiterbildungen sind in den Unteransprüchen angegeben.

[0011] Mit der Erfindung ist eine Online-Messung realisiert. Das Stahlband wird elektromagnetischer Strahlung (Infrarot- oder Röntgen-Strahlung) ausgesetzt. Die von der Oberfläche des Stahlbandes reflektierte Infrarot-Strahlung bzw. die durch das Stahlband hindurchgehende Röntgen-Strahlung werden als Intensitätswerte in Abhängigkeit von der Wellenlänge erfasst und ausgewertet.

[0012] Bei der Erfindung kann als elektromagnetische Strahlung gemäß einer ersten Alternative Infrarot-Strahlung zum Einsatz kommen. Mit solcher Strahlung wird im Reflexionsverfahren gemessen. Nach einer zweiten Alternative ist es aber auch möglich, Röntgen-Strahlung zu verwenden. Mit solcher Strahlung wird üblicherweise in Transmission gemessen.

[0013] Spektren von elektromagnetischer Strahlung können hinsichtlich der Intensitätswerte bei signifikanten Wellenlängen entsprechend dem Stand der Technik mit neuronalen Netzen ausgewertet werden. Bewährt haben sich auch Methoden, bei denen kontinuierliche Spektren erfasst werden und das kontinuierliche Spektrum der elektromagnetischen Strahlung mit sogenannten chemometrischen Methoden ausgewertet wird.

[0014] Weitere Einzelheiten ergeben sich aus der Beschreibung eines Ausführungsbeispiels. Die einzige Figur zeigt den Einsatz von spektroskopischen Messungen beim Beizvorgang.

Ausführungsbeispiel

[0015] In der Figur ist ein Stahlband mit 100 bezeichnet. Ein solches Stahlband **100** wurde durch einen Warmwalzprozess in Luftatmosphäre erzeugt und weist daher an seiner Oberfläche so genannte Zunderschichten auf. Diese Zunderschichten stellen verschiedene Oxide des Eisens dar, insbesondere FeO (Wüstit), Fe₂O₃ (Hämatit) und/oder Fe₃O₄ (Magnetit).

[0016] Nach dem Abkühlen läuft das Stahlband **100** in ein so genanntes Beizbad **1**, das aus einer Wanne besteht, die mit einer Beizflüssigkeit, vorzugsweise einer Säure, gefüllt ist. Das Stahlband **100** läuft über Rollen **2**, **3** in das Beizbad **1** ein und wird anschließend über eine Rolle **4** durch eine Spülvorrichtung **5**

bewegt. Der Spülvorrichtung **5** schließt sich ein Trockner **6** an. Anschließend läuft das getrocknete Stahlband **100** über weitere Rollen **7** und **8** und wird auf einer Haspel zu einem Coil **9** gewickelt.

[0017] In der Figur ist eine Einrichtung **10** dargestellt, mit der ein erstes Spektrum **1** elektromagnetischer Strahlung vor dem Einbringen des Stahlbandes **100** in das Beizbad **1** aufgenommen wird. In einer weiteren Einrichtung **20** wird ein zweites Spektrum **2** des Stahlbandes **100** nach dem Auslaufen aus dem Trockner **6** aufgenommen.

[0018] Durch das Spektrum **1** der Einrichtung **10** und durch das Spektrum **2** der Einrichtung **20** kann der Verzunderungsgrad vor und nach der Beizbehandlung ermittelt werden und im einzelnen die Entzunderung durch das Beizen überprüft werden. Daraus können Prozess-Steuergrößen für die Steuerung bzw. die Regelung des Beizvorganges im Sinne einer Prozessoptimierung abgeleitet werden.

[0019] Als elektromagnetische Strahlung wird in einer ersten Ausführungsform Infrarotstrahlung (IR) verwendet. Hierzu sind in den Einrichtungen **10** und **20** im einzelnen nicht dargestellte Lichtquellen vorhanden, mit denen das Stahlband **100** beleuchtet wird, wobei in den Einrichtungen **10** und **20** Mittel zur Erfassung der reflektierten Strahlung und Auswertung der damit erhaltenen Spektren vorhanden sind.

[0020] Die Messungen können prinzipiell im gesamten Infrarot-Bereich, d. h. im Bereich des nahen Infrarot (NIR: 0,8 bis 2,5 μm), im Bereich des mittleren Infrarot (MIR: 2,5 bis 20 μm) und des fernen Infrarot (FIR: 20 bis 1000 μm) durchgeführt werden. Im Einzelfall werden jeweils unterschiedliche Typen der Schwingungen erfasst.

[0021] Für die technische Realisierung wird speziell eine Messung im NIR-Bereich durchgeführt, da hier geeignete Spektrometer zur Verfügung stehen. Wichtig ist dabei deren praktische Anwendbarkeit in den rauen Bedingungen des Walzprozesses in der Nähe des Stahlbandes **100**.

[0022] Dabei ist zu beachten, dass die Eindringtiefe der NIR-Strahlung vergleichsweise niedrig ist, beispielsweise im Bereich von 1 bis 2 μm . Dadurch resultiert die abgestrahlte Strahlung hauptsächlich von der Materialoberfläche des Stahlbandes **100**.

[0023] Im Rahmen der Erfindung wird daher zwischen der Oberflächenstrahlung und der Festkörperstrahlung unterschieden. Dies ist deswegen notwendig, da das heiße Stahlband **100** üblicherweise mit einem dünnen Film von Zunder, d. h. Eisenoxiden, von mehreren Mikrometern Dicke bedeckt ist.

[0024] Zur Anwendung der Strahlung im nahen Infrarotbereich wird die Tatsache verwendet, dass speziell die oxidbehaftete Oberfläche von Stahl nicht im gesamten Bereich des Spektrums reflektiert.

[0025] Bei einem anderen Ausführungsbeispiel wird die Strahlung im Bereich der längeren Wellenlängen, d. h. im Bereich von MIR und FIR, ausgeführt. Die Eindringtiefe bei diesen Wellenlängenbereichen ist erheblich. Dadurch kommen die reflektierten Strah-

lungen von tieferliegenden Regionen des Stahlbandes **100**.

[0026] MIR-Spektrometer sind bekannt. Bei Verwendung solcher Spektrometer muss beachtet werden, dass Glasfasern, die für den Bereich des sichtbaren Lichtes und NIR benutzt werden, nicht geeignet sind für Wellenlängen größer als 2,4 μm , weil dann eine starke Absorption auftritt. Im Bereich bis zu 20 μm können Lichtleiter aus spezifischen Materialien genützt werden, die Chloride und/oder Chalkogenide enthalten und in Längen bis zu 10 m zur Verfügung stehen.

[0027] In anderen Ausführungsformen können zur Übertragung der reflektierten Strahlung Spiegelsysteme vorhanden sein, die temperaturempfindlich sind. Dafür müssen Mittel vorhanden sein, welche die Kontaminierung der Spiegel verhindern und eine mechanische Stabilität gewährleisten.

[0028] Zur Auswertung der Spektren können entweder chemometrische Methoden oder neuronale Netze zum Einsatz kommen. Dafür ist es notwendig, dass kontinuierliche Spektren erfasst werden und in entsprechender Weise mittels multivarianter Datenanalyse ausgewertet werden. Im einzelnen werden dafür die bekannten chemometrischen Methoden der sogenannten Hauptkomponentenanalyse (PCA oder PCR) angewendet oder die Auswertemethode der kleinsten Quadrate (PLS).

[0029] Letztere mathematische Methoden sind heute als Standardtools für die Auswertung von kontinuierlichen Spektren verfügbar. Diese Tools setzen lineare Modelle voraus, um die Konzentrationen von Komponenten der zu untersuchenden Stoffe zu ermitteln. Im einzelnen werden nicht nur Absorptionswerte, sondern auch ausgewählte Wellenlängen und spezifische Strukturen der Spektren, wie Peakhöhe, Weite, Flanken und Überlappungen, ausgewertet.

[0030] Im einzelnen ergibt sich bei der Auswertung von Spektren, dass die Genauigkeit der Auswertung mit der Komplexität der Spektren sinkt. Alternativ zu den chemometrischen Methoden können daher auch neuronale Netze eingesetzt werden, mit denen die Messwerte bei singulären Wellenlängen miteinander verknüpft werden. Solche neuronalen Netze können anhand von vorgegebenen Spektren trainiert werden, so dass im praktischen Einsatz die erfassten Spektren interpretiert werden.

[0031] In alternativer Realisierung kann als elektromagnetische Strahlung auch Röntgen-Strahlung zum Einsatz kommen. Damit wird vorteilhafterweise das Stahlband **100** durchstrahlt, wobei in diesem Fall Spektren der transmittierten Strahlung erfasst und ausgewertet werden.

[0032] In beiden Beispielen wird also die Spektroskopie als Online-Sensor zur Erfassung von Verzunderungen an Stahl angewandt. Außer an Stahlbändern kann diese Methodik auch beim Beizen anderer Metalle eingesetzt werden.

[0033] Bei den vorstehend beschriebenen Beispielen kann die Messung über die Breite des vorbeibe-

wegten Stahlbandes **100** mit einer traversierenden Sonde erfolgen oder durch mehrere parallel über die Breite angeordnete Sonden realisiert werden, wodurch der Verzunderungsgrad in Querrichtung ermittelt und als Querprofil dargestellt wird.

[0034] Der ermittelte Verzunderungsgrad wird zur Prozess-Steuerung und Prozessoptimierung genutzt. So kann z. B. die Bandgeschwindigkeit gesteuert werden. Bei zuviel Zunder wird z. B. die Bandgeschwindigkeit reduziert. Das kann in Vorwärtsregelung (Verzunderungsgrad aus dem ersten Spektrum **1**) oder in Rückwärtsregelung (Verzunderungsgrad aus dem zweiten Spektrum **2**) erfolgen. Bei Vorhandensein eines Beizmodells kann dieses mit der Online-Messung auch online adaptiert werden.

[0035] Die Erfindung wurde im einzelnen an einem Stahlband als Metall beschrieben. Bei durch Ziehen erzeugten Metalldrähten liegen ganz entsprechende Verhältnisse bezüglich der Oxidbildung vor, so dass auch beim Drahtziehen die dabei entstehende Verzunderung erkannt und in der Drahtziehstraßen folgenden Beisanlage der Entzunderungsvorgang gesteuert werden kann.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Prozessführung beim Beizen von Stahlbändern, das folgende Verfahrensschritte umfasst:

- a) Das Stahlband wird einer Infrarot-Strahlung oder einer Röntgen-Strahlung ausgesetzt;
- b) die von der Oberfläche des Stahlbandes reflektierte Infrarot-Strahlung bzw. die durch das Stahlband hindurchtretende Röntgen-Strahlung wird als Spektrum online gemessen und ausgewertet;
- c) es werden die Bereiche erkannt, in denen das Stahlband mit einer Oxidschicht (Zunder) bedeckt ist, wobei der Verzunderungsgrad für die einzelnen Eisenoxide (FeO , Fe_2O_3 , Fe_3O_4) ermittelt wird;
- d) durch Aufintegration der Messergebnisse wird der Verzunderungsgrad in Längs- und/oder Querrichtung berechnet;
- e) in Abhängigkeit vom Verzunderungsgrad werden geeignete Prozesssteuer- und/oder Regelgrößen zur Prozessoptimierung abgeleitet oder eine Online-Adaption der Prozessmodelle durchgeführt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Spektrum der elektromagnetischen Strahlung mit neuronalen Netzen ausgewertet wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass ein kontinuierliches Spektrum der elektromagnetischen Strahlung erfasst und mit chemometrischen Methoden ausgewertet wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Messung im Bereich des nahen Infrarot (NIR: 0,8 bis 2,5 μm) erfolgt.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Messung im Bereich des mittleren Infrarot (MIR: 2,5 bis 20 μm) erfolgt.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Messung im Bereich des fernen Infrarot (FIR: 20 bis 1000 μm) erfolgt.

7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Messung des Spektrums vor dem Beizbad erfolgt und in einer Vorwärtsregelung die Bandgeschwindigkeit in Abhängigkeit vom Verzunderungsgrad geregelt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 1 oder 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Messung des Spektrums nach dem letzten Beizbad erfolgt und in einer Rückwärtsregelung die Bandgeschwindigkeit in Abhängigkeit vom Verzunderungsgrad geregelt wird.

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Messung an einem festen Punkt über dem vorbeibewegten Stahlband erfolgt und der Verzunderungsgrad in Längsrichtung gemessen und als Längsprofil dargestellt wird.

10. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Messung über die Breite des vorbeibewegten Stahlbandes mit einer traversierenden Sonde erfolgt oder durch mehrere parallel über die Breite angeordnete Sonden realisiert wird, wodurch der Verzunderungsgrad in Querrichtung ermittelt und als Querprofil dargestellt wird.

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der ermittelte Verzunderungsgrad zur Online-Adaption eines Prozessmodells für die Beize genutzt wird.

12. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Messung und Regelung an einem Metalldraht in einer Metalldrahtbeisanlage erfolgt.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

