

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁴
C25F 1/04
C25F 1/06

(45) 공고일자 1989년05월02일
(11) 공고번호 89-001379

(21) 출원번호	특1983-0004926	(65) 공개번호	특1984-0006832
(22) 출원일자	1983년10월18일	(43) 공개일자	1984년12월03일
(30) 우선권주장	444, 128 1982년11월24일 미국(US)		
(71) 출원인	알레니 루들럼 스틸 코포레이션 빈센트 지.지오이아 미합중국 펜실바니아주 15222-5479 피츠버그 싹스피피지 플라이스 1000		

(72) 발명자 도날드 레이몬드 자렘스키
미합중국 펜실바니아주 15024 체스위크, R.D. 1 맥클루어 로드 14
(74) 대리인 강명구

심사관 : 정양섭 (책자공보 제1560호)

(54) 산화물 스케일형성조절 및 스케일제거를 포함하는 금속 제품의 제조공정

요약

내용 없음.

대표도

도1

명세서

[발명의 명칭]

산화물 스케일형성조절 및 스케일제거를 포함하는 금속 제품의 제조공정

[도면의 간단한 설명]

제1도는 본 발명의 대표적인 공정단계를 예시한 흐름도.

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 스케일 제거방법에 관한 것으로서 특히 금속 제품으로부터의 산화물 스케일(scale)형성조절 및 스케일 제거방법에 관한 것이다.

용융단계에서부터 평압연강판, 바아, 와이어 및 관상(管狀)제품등에 이르기까지 여러가지 금속제품을 제조하는 공정에 있어서 산화성 로의 분위기중에서 스테인레스 강합금을 포함한 각종 금속합금의 제품 표면에 쉽게 형성되는 산화물 스케일이 생성되는 온도까지 가열 또는 아닐링처리(annealing)등의 열처리를 하게 되는 경우가 자주 있다. 연속 아닐링 또는 가열공정과 관련되어 사용하자면 로에서부터 스트립(strip)이 나오는 즉시 스케일을 제거할 수 있을 정도로 스케일 제거욕(除去浴)이 충분히 강해야 한다. 스케일 제거공정과 제거용장치를 수용할 수 있게끔 스트립의 속도를 바꾸지 않아야 하기 때문에 스케일 제거 공정은 신속하고도 효과적으로 조건조절을 하여 스케일을 용이하게 제거할 수 있어야 한다. 일반적으로 세가지 상이한 스케일 제거방식이 채용되고 있는데, 즉 (1) 쇼트 블라스팅(shot blasting) 및 산세(acid pickling), (2)용융 산화성염 또는 전해 스케일 조절처리후 산세 및 (3) 직접 산세공정등이다.

미국특허 제3,043,758호에 의하면 스테인레스강의 전해스케일제거 및 산세공정에 관해 나와있는데 여기서는 스케일 제거처리를 할 대상물을 암모늄을 포함하는 알칼리 금속의 염화물, 황산염 및 질산염으로 된 것중에서 선택한 최소한 한가지의 중성염으로 된 전해질액 중에서 양극으로서 처리한후 질산과 플루오르화수소산의 혼합물과 황산, 질산 및 플루오르화수소산으로된 것중에서 선택한 무기산 용액주에 제품을 침지(浸漬)처리하고 있다. 이 공정에서 사용되는 전해질을 PH 1-7, 특히 3.5-7, 공식적으로는 5.5에서 온도 167-194. F(75-90℃)에서 유지하여 전류밀도 6-10A/Adm²(0.38-0.64A/in²)에서 10-60초동안 전류를 통하여 처리한다.

물은 산 침지단계를 포함하는 다른 전해 스케일제거법은 미국특허 제3,254,011호에 상술되어 있다. 또한 용융성 산화성 염을 사용하여 스케일을 조정하고 완화시켜 제거가 쉽도록 하고 있는것은 공지로 되어 있다. 미국특허 제3,260,619호에는 대표적인 방법이 나와 있다. 이러한 용융염욕은 대체로 작업온도를 800-1000. F(426.7. -537.8℃)에서 유지하여 스케일을 처리 제거할 필요가 있고 물은 산 세척단계를 따르고 있다. 고온의 염욕은 산화물 스케일을 완화시키는데 효과적이지만 여러가지 문제점을 제기하고 있다. 이러한 방법들은 작업경비가 보다 많이 소요되며 스트립이나 판의 변형, 편

치 마아크(punch mark), 표면흠자국 발생 및 기타 화학약품의 공격등이 일어난다. 이들은 또한 염을 유지하여 욕을 통해 스트립을 유도하는데 사용되는 탱크라이닝, 로울(roll)등과 같은 장치의 각종 부품을 공격하므로써 변형과 뒤틀림이 생기게되는 결점을 또한 가지고 있다.

스케일 제거공정으로부터 산욕을 생략하거나 극소화하고자 여러가지 시도를 하고 있다. 산단계를 이용하자면 배기계통, 연기세척탑, 산저장탱크등을 포함한 보조장비를 필요로 하게 되고 또한 산폐기를 위한 엄밀한 계획을 필요로 하고 있다. 따라서, 산세필요성을 생략하거나 극소화하는 방법이 요구된다. 미국특허 제4,012,299호에는 1차 전해질에 침지한 후 수세하고 최소한 한가지의 황산 나트륨 같은 중성염을 함유하는 2차 전해질속에 침지하는 산세단계의 필요성이 없는 스케일 제거방법이 나와 있다. 이 특허에는 pH 1-7의 2차 전해질을 온도 120-200. F(48.9-93.3℃)에서 유지시켜

$0.1A/in^2(1.55A/dm^2)$ 이상의 전류밀도에서 4초 이상동안 전류를 통하는 방법이 나와 있다. 이 방법의 결점은 1차 전해질 로는 온도가 400-450. F(204.4. -232.2℃) 로 유지된 용융된 산화성 염을 사용하므로써 위에 나온 바와같이 이러한 염과 관련하여 여러가지 문제가 제기되고 있다는 점이다.

산세단계를 생략하도록 한 두가지의 다른 방법에 관해서는 미국특허 제4,026,777호와 제4,066,521호에 나와 있다. 이들 방법에서는 1차 단계에 용융된 산화성 염욕중에 침지하는 2단계 공정을 필요로 한다. 이 공정의 단점은 용융된 산화성 염욕의 작업온도가 훨씬 높다는데 있다.

미국특허출원 제238,896호(1981년 2월 27일)에 제시된 바에 의하면 고전류밀도에 의한 1단계 스케일 제거법을 사용하여 전처리 또는 후처리와 산세를 하지 않고 산화물 스케일을 제거할 수 있다는 것이다. 이 방법에서는 최소한 150° F의 온도에서 유지된 황산나트륨 전해질 15-25%용액을 사용하여 최소한 $3A/in^2(46.5A/dm^2)$ 의 전류밀도에서 최소한 10초동안 전류를 통해준 후 수세하는 것이다. 그러나, 이러한 고전류 밀도법은 양극의 길이가 4-6피트이며 스케일 제거법에 소요되는 전체 암페어수가 비교적 작은 관같은 작은 물체에 특히 적합하다. 그런데 스트립 제조공장의 경우, 특히 광폭 스트립 제조공장에서는 양극의 길이가 40피트까지나 된다. 이러한 스케일 제거공정에 있어서는 스케일 제거에 사용되는 전체 암페어수는 훨씬 크며 이에 따른 고전류 밀도법의 경비는 실제적으로 과중하다.

따라서, 현재 필요로 하는 것은 산단계 및 이와 관련되 여러 문제점과 경비를 극소화하거나 감소시킬 수 있는 스케일 제거법이다. 전해법은 연속 스트립 제품의 스케일 제거에 적합한 저전류밀도법이다. 이런 목적을 달성하자면 제조공정도중 금속제품에 생성되는 스케일을 억제할 수 있는 방법에 따라 보다 쉽사리 제거되는 스케일을 만드는 것이다. 이와 관련하여 스케일제거법의 전류를 적정화할 수 있는 방법, 즉 황산나트륨 전해질법 후 최소한의 산농도에서의 처리를 하므로써 보다 균일한 제품 제조에 있어서 보다 효율적이며 보다 경비가 적게 소요되는 스케일 제거법이 바람직한 것이다.

본 발명에 의하면 열간성형, 냉간성형 후 산화성 분위기중에서 열처리하는 금속제품 제조방법에 있어서 분위기중에서 산소함량을 최소한 3.0vol.%되게하여 금속제품상에 산화물 스케일의 생성정도를 조절하도록 하는것이다. 이 스케일이 생성되면 다음에는 제품을 알칼리 금속 또는 암모늄의 염화물, 황산염 및 질산염등 최소한 한가지의 중성염으로 된 pH약 2.0-3.5정도로 유지된 전해질 수용액중에 침지하고 전해질중에 있는 제품속으로 저밀도의 전류를 통과시켜 스케일을 처리하므로써 스케일을 제거하고 전해질로부터 제품을 끄집어 내는 것이다.

이 방법에는 황산, 질산, 플루오르화수소 및 질산과 플루오르화수소산의 혼합물로된 것중에서 선택한 약산성 용액중에 제품을 침지하여 거의 대부분의 스케일을 제거하도록 하고 있다. 또한 본 발명의 방법에는 Ph가 약 2.0-3.5로 조절유지된 알칼리금속은 또는 암모늄의 염화물, 황산염 및 질산염등 최소한 한가지의 중성염으로된 전해질 수용액중에 금속제품을 침지시켜 금속제품 표면으로부터 산화물 스케일을 제거하는 방법이 있는데, 이 방법에 있는 제품의 산화물 스케일은 최소한 3.0vol.%의 산소가 있는 산화성 분위기중에서 최소한 일부가 생성된 산화물 스케일과 거의 같다. 이 방법은 전해질속에 있는 제품을 통해 저밀도의 전류를 통과시켜 스케일을 처리하므로써 스케일을 제거한후 전해질로부터 제품을 끄집어 내도록 하고 있다. 또한 이 방법에는 황산, 질산, 플루오르화수소산, 질산과 플루오르화수소산과의 혼합산등에서 선택한 산의 약산성용액중에 제품을 침지하여 스케일을 거의 전부 제거하는 방법이 포함된다.

적합한 예를 들자면 산화성 분위기중의 산소함량을 3-11%로 하고 전해질의 온도를 150. -185. F(65.6. -85℃)로 유지하는 것이다. 또한 전류밀도를 약 $0.1-1.0A/in^2$ 로 하고 약산성용액중의 산의 농도를 10%이하 되게 하는 것이다.

본 발명을 본 발명의 대표적인 공정단계의 흐름도를 따라 설명한다.

본 발명은 산화물 스케일 생성을 억제하며 열처리시에 사용되는 산화성 분위기중의 산소함량을 독특한 방법으로 여러가지로 복합적으로 조절하여 제품으로부터 산화물을 제거하고 스케일제거법에 있어서 전해질의 pH를 조절하므로써 산세의 필요성을 생략하거나 극소화하여 금속제품으로부터 스케일을 제거하는 방법에 관한 것이다.

제1도에서와 같이 흐름도에서는 본 발명의 스케일 제거법(점선으로 나타낸 부분)을 포함하는 금속제품제조공정의 대표적인 단계가 나와 있다.

스케일제거공정에서는 알칼리 금속 또는 암모늄의 염화물, 황산염 및 질산염등 최소한 한가지의 중성염으로된 전해질 수용액중에 제품을 침지하는 단계가 포함된다. 특히 전해질로는 황산나트륨 수용액이 좋다. 황산 나트륨 전해질의 농도는 황산나트륨을 7-25%, 특히 15-25%함유한 것이면 된다. 본 발명의 범위내에서는 한가지 이상의 추가적인 전해질에 의한 산화물 스케일처리 및 제거단계를 포함시켜 산세단계를 생략하거나 극소화하고 있다.

전해질중에 침지되어 있는 금속제품에 저밀도 전류를 통과시켜 스케일을 처리하여 제거한다. 전류밀도 범위는 $0.1-1.0A/in^2(1.55-15.5A/dm^2)$ 로 하는데 $0.2-0.5A/in^2(3.10-7.75A/dm^2)$ 가 좋다. 따라서 전

류전속(flux)은 1.0-25.0amp-sec/in² 인데 2.5-12.0amp-sec/in² 의 범위가 좋다. 크롬-니켈합금 및 크롬-니켈-망간합금을 사용하면 단일 크롬합금보다 다소 높은 전류밀도와 전류전속을 필요로 한다. 그러나 전해법의 경우에서처럼 침지시간은 스케일제거되는 물체의 크기와 스케일의 두께, 종류 및 전해질의 온도에 따라 좌우된다.

전해질의 온도범위는 120-200. F로 하는 것이 보통이지만 본 발명에서는 150-185. F(65.6-85°C)의 범위로 하고 있으면 특히 160-180. F(71.1-82.2°C)로 하는 것이 좋다.

제품을 전해질에서 끄집어낸 다음 수세하고 약산성용액에 침지하여 스케일을 제거한다. 사용되는 산은 황산, 질산, 플루오르화수소산, 질산과 플루오르화수소산과의 혼합물을 사용하는 것이 좋다. 특히 이들 산과 혼합산의 용액농도를 10wt%이하로 하며 특히 8wt%이하로 하는 것이 좋다. 산의 온도범위는 100-160. F(37.8-71.7°C)인데 특히 130-150. F(54.4-65.6°C)가 좋다. 기타 다른 무전해질처리 또는 무산처리후 스케일제거처리를 한다면 이러한 산세단계가 필요하다. 산세후 제품을 수세한다.

이러한 스케일제거법에 있어서, 전해질의 산성도가 스케일 제거법의 효율에 극히 중요함이 밝혀졌다. 특히 PH범위를 2.0-3.5로 해야하고 특히 2.0-3.0으로 하는 것이 좋다. pH를 낮게 조절유지하면 특히 황산나트륨 전해법에서 스케일 처리공정을 향상시켜줌이 밝혀졌다. 전해질을 황산같은 몇가지 산을 비교적 소량 첨가하여 산성화하여 pH값을 조절해야 한다.

본 발명은 여러 가지 금속에 적용할 수 있다고 하겠으나 현재로는 합금강이 가장 중요한 예라고 볼 수 있다. 더우기 스테인레스 강(예 : Type 201, 304, 316, 409, 413등의 스테인레스 강)은 특히 본 발명의 방법에 적합하다.

전해용액의 pH의 중요성을 조절된 실험실 조건에서 실험하여 소형시료부터 스케일을 제거하는데 대해 연구하였다.

공장에서 종래방법으로 열간성형 및 냉간성형된 것으로서 아닐링 처리된 스테인레스 강(Type 304)의 스트립시료를 산소함량이 7.4%인 분위기로 가스로중에서 아닐링 처리했다. 이 시료를 20%황산나트륨(Na₂SO₄)용액중에서 약 170. F(76.7°C)에서 15-90초 동안 0.25 및 0.50A/in² (3.875 및 7.75A/dm²)의 전류밀도 조건하에서 각각 양극으로하여 처리했다. 일련의 시험에 있어서 pH를 2.5로 조절유지한 경우와 2차 시험에서 pH5.5로 조절유지한 황산염 전해질에 대한 시험결과를 표1에 나와 있다. 이들 시료를 각각 처리하여 검사하고 (1)수세한 경우와, (2)수세하고 솔질처리한 경우와, (3) 수세한 다음 8%질산과 1%플루오르화수소산중에서 140. F(45.8°C)에서 60초동안 산세를 하는등의 예비처리후 스케일제거정도에 대해 육안검사를 했다.

[표1]

용액*의 각 pH에서의 황산나트륨 전해질의 스케일 제거효과

시료번호	(양극)	시간	스케일 제거정도(%)					
			pH 2.5			pH 5.5		
			수세	솔질	산세	수세	솔질	산세
1	0.25 amp/in ²	15초	5%	25%	70%	5%	15%	60%
2	" "	30초	25%	45%	95%	10%	20%	60%
3	" "	45초	75%	80%	100%	30%	30%	70%
4	" "	60초	75%	80%	100%	30%	30%	100%
5	" "	90초	80%	80%	100%	35%	50%	100%
1A	0.50 amp/in ²	15초	15%	35%	85%	10%	10%	60%
2A	" "	30초	80%	85%	100%	20%	30%	85%
3A	" "	45초	90%	90%	100%	35%	35%	100%
4A	" "	60초	90%	95%	100%	40%	45%	100%

*용액 : 20% Na₂SO₄, 170. F(76.7°C).

표1에서 알 수 있는 것은 낮은 pH값을 가진 황산염 전해질은 스테인레스강의 스케일처리와 부분적으로 아닐링 스케일 제거에 있어서 보다 큰 효과가 있다는 점이다. 후처리(수세, 솔질 또는 산세)각각에 있어서 pH가 2.5인 전해질은 공통적인 전류밀도와 처리시간에 있어서 스케일 제거량이 많았다. 이 표에서 알 수 있는 것은 완전한 스케일제거가 산세에서 나타날 경우보다 많은 황산염용액을 사용할때보다 짧은 시간에 낮은 전류밀도에서 스케일제거가 되는 스케일처리가 가능하다는 점이다.

전해질 용액의 pH를 조절하는 것외에도 산화성 분위기중에서 열처리 또는 아닐링 단계도중 스케일생성을 제어할 수 있다면 스케일제거공정은 향상된다는 것을 알 수 있었다. 특이한 사실로서는 산화성 분위기의 산소함량을 조절하고 전해질의 pH를 조절하면 산세단계를 극소화할 수 있는 제조방법을 이룩할 수 있게 되기 때문에 이러한 산소함량이 생성된 스케일에 영향을 미치고 있다는 점에서 산소함량은 중요하다는 것이다.

본 발명은 열처리도중 산화성 분위기중의 산소함량을 최소한 3.0vol%되게하여 금속제품상에 생기는 산화물 스케일을 조절하는 금속제품제조방법에 관한 것이다. 특히 분위기중의 산소함량범위는 3-11%로 하는 것이다. 여기서 목적으로 하는 바는 제품에 생긴 산화물 스케일은 산소함량이 최소한 3.0vol%인 산화성 분위기중에서 최소한 부분적으로 생긴 산화물 스케일과 거의 같은 것이라야 한다는 것이다.

공장에서 종래의 열간성형 및 냉간성형처리한 각종 합금의 스테인레스강 스트립을 아닐링한 시료를 산소함량 2.0-10.8vol%인 가스로 중에서 아닐링 처리했다. 이들 시료들 각각 170. F(76.7°C) 및 pH 2.5로 조절 유지된 20%황산나트륨 전해질 용액중에서 0.25 및 0.5A/in² (3.875 및 7.75A/dm²)의 전류 밀도에서 20-41초동안 양극으로 해서 처리했다. 스케일처리후 이들 시료를 썩고 140. F(60°C)로 유지된 8% 질산 및 1% 플루오르화수소산의 산성용액중에 침지하여 스케일을 제거한 다음 수세하였다. 이 시험결과는 표2에 나와 있다.

[표2]

산소함량에 따른 황산나트륨 전해질의 스케일 제거효과

급수	두께	로의 O ₂ 함량	황산염 처리*		총 Amp-secs/in ²	산세**시간
			전류밀도	시간		
201	.025"	6.8%	0.25 amp/in ²	28초	7 amp-secs/in ²	56초
304	.035"	6.2%	0.25 amp/in ²	36초	9 amp-secs/in ²	72초
304	.050"	5.7%	0.25 amp/in ²	36초	9 amp-secs/in ²	72초
304	.029"	2.3%	0.5 amp/in ²	44초	21 amp-secs/in ²	88초
304	.072"	2.0%	0.5 amp/in ²	44초	21 amp-secs/in ²	88초
316	.030"	8.1%	0.5 amp/in ²	24초	12 amp-secs/in ²	48초
409	.034"	8.5%	0.25 amp/in ²	20초	5 amp-secs/in ²	40초
413	.073"	2.7%	0.5 amp/in ²	28초	14 amp-secs/in ²	56초

*용액 : 20% Na₂SO₄, 170. F(76.7°C), pH 2.5

**용액 : 8% HNO₃+1% HF, 140. F(60°C)

처리된 모든 스트립 시료들을 고압수세 및 고온공기건조 처리후 검사했을때 완전하게 스케일의 제거 되어 있다. 표2에서 알수 있는 것처럼 스케일을 완전히 제거할 수 있는 스케일처리조건은 여러가지 이다. 이런 조건의 변화요인은 아닐링 조작에 사용된 로의 산화성 분위기중의 산소함량에 의해 나타나는것으로 관찰된 금속표면의 상이한 산화물 스케일의 특성때문이다. 일반적으로 산소함량이 3.0vol%이하인 분위기에서 생긴 산화물 스케일은 최종 산세척 단계에서 완전히 스케일 제거가 되기 전에 처리용 전해질중에서 큰 전류밀도와/또는 긴 양극처리시간을 필요로 함이 밝혀졌다. 표에서 분명히 알 수 있는 것은 산소함량이 3%와 같거나 이보다 많으면 이들 조건을 경감시켜 낮은 전류밀도와 /또는 짧은 양극 처리시간을 나타내고 있다는 점이다. 더우기 이표에서 구체적으로 알 수 있는 전해질의 pH 값을 낮게 유지할 필요가 있고 특히 pH 2.5와 같은 낮은 pH 값에 대해서 우선적으로 양호한 결과가 나타난다는 점이다.

본 발명의 목적에 의하면 아닐링 처리용 로의 분위기중의 산소함량과 전해질의 pH 를 조절함으로써 혼합산 또는 질소와 플루오르화수소산의 혼합산에 의해 세척을 최소한으로 하여 열처리를 해서 생긴 스테인레스강 스트립상의 산화물 스케일을 효과적으로 제거할 수 있음을 확인되었다. 또한 밝혀진 사실로서는 본 발명의 방법에서는 산소비량을 최소한 25%이상으로 줄이고 최대 50%이상 줄여서 산세를 할 수 있다는 것이다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

열간성형 냉간성형처리후 산화성분위기중에서 열처리하는 금속제품 제조방법에 있어서 분위기중의 산소함량을 최소한 3.0vol%되게하여 금속제품상에 생긴 산화물 스케일을 조절하고, 알칼리 금속 또는 암모늄의 염화물, 황산염 및 질산염중 최소한 한가지의 중성염으로 pH2.0-3.5정도로 조절유지한 전해질 수용액중에서 제품을 침지하고, 전해질중에서 제품을 통해 저밀도 전류를 통과시켜 스케일을 처리제거후 제품을 전해질에서 끄집어내는 금속제품 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 제품을 끄집어 낸 다음 온화한 산성용액중에 침지함에 있어서 황산, 질산, 플루오르화수소산 및 질산과 플루오르화수소산의 혼합산중에서 선택한 산을 이용하여 스케일을 제조하는 제조방법.

청구항 3

제2항에 있어서, 그 다음 단계로서 스케일 제거된 제품을 수세하는 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 산화성 분위기중의 산소함량을 3-11%의 범위로 하는 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 전해질을 150-185. F의 온도에서 유지시키는 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 약 $0.1-1.0A/in^2$ 정도의 저밀도 전류를 통과시키는 제조방법.

청구항 7

제6항에 있어서, 약 $0.2-0.5A/in^2$ 정도의 전류밀도를 이용하는 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 산의 농도가 10%이하인 산성용액을 이용하는 제조방법.

청구항 9

금속제품의 표면으로부터 산화물 스케일을 제거하는 방법에 있어서, 알칼리금속 또는 암모늄의 염화물, 황산염 및 질산염 중 최소한 한가지의 중성염으로 pH를 약 2.0-3.5정도로 조절유지한 전해질 수용액에다 산소함량이 최소한 3.0wt.%인 산화성 분위기중에서 최소한 일부분 생성성 산화물 스케일과 동등한 산화물 스케일이 있는 제품을 침지하여 저밀도 전류를 통과시켜 스케일을 처리 제거한 다음 전해질로부터 제품을 끄집어내는 금속제품 표면으로부터 산화물 스케일 제거방법.

청구항 10

제9항에 있어서, 제품을 끄집어내어 약산성 용액에 침지함에 있어서 황산, 질산, 플루오르화수소산 및 질산과 플루오르화수소산과의 혼합산중에서 선택한 산으로된 산성용액에 침지하여 스케일을 제거하는 스케일 제거방법.

청구항 11

제10항에 있어서, 그 다음 단계로서 스케일 제거된 제품을 수세하는 제거방법.

청구항 12

제9항에 있어서, 산화성 분위기중의 산소함량범위를 3-11%로 하는 제거방법.

청구항 13

제9항에 있어서, 전해질을 150-180. F의 온도범위에서 유지하는 제거방법.

청구항 14

제9항에 있어서, 약 $0.1-1.0A/in^2$ 정도의 저밀도 전류를 통과시키는 제거방법.

청구항 15

제14항에 있어서, 약 $0.2-2.5A/in^2$ 정도의 전류밀도를 이용하는 제거방법.

도면

도면1

