

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5339177号
(P5339177)

(45) 発行日 平成25年11月13日(2013.11.13)

(24) 登録日 平成25年8月16日(2013.8.16)

(51) Int. Cl.	F I
C 1 O M 173/02 (2006.01)	C 1 O M 173/02
B 2 1 B 1/22 (2006.01)	B 2 1 B 1/22 H
B 2 1 B 27/10 (2006.01)	B 2 1 B 27/10 B
C 1 O M 129/26 (2006.01)	C 1 O M 129/26
C 1 O M 129/28 (2006.01)	C 1 O M 129/28

請求項の数 5 (全 19 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2008-36047 (P2008-36047)	(73) 特許権者	000006655 新日鐵住金株式会社 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号
(22) 出願日	平成20年2月18日(2008.2.18)	(74) 代理人	100078101 弁理士 綿貫 達雄
(65) 公開番号	特開2008-248229 (P2008-248229A)	(74) 代理人	100085523 弁理士 山本 文夫
(43) 公開日	平成20年10月16日(2008.10.16)	(72) 発明者	森 陽一郎 東京都千代田区大手町二丁目6番3号 新 日本製鐵株式会社内
審査請求日	平成22年2月9日(2010.2.9)	(72) 発明者	鈴木 眞一 東京都千代田区大手町二丁目6番3号 新 日本製鐵株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願2007-58573 (P2007-58573)		
(32) 優先日	平成19年3月8日(2007.3.8)		
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 調質圧延液および調質圧延液用原液

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

質量%で

水溶性防錆剤：1～6%、

アルカノールアミン系アルカリpH調整剤：0.8～5.5%、

界面活性剤：0.005～1%、

残りは水および不可避免的不純物からなり、かつ前記水溶性防錆剤、アルカノールアミン系アルカリpH調整剤、界面活性剤の合計が3～8質量%であって、水溶性防錆剤中含有酸1molに対して2倍mol以上4倍mol以下のアルカノールアミン系アルカリpH調整剤を含むことを特徴とするNiめっきされた鋼板に用いる調質圧延液。

10

【請求項2】

アルカノールアミン系アルカリpH調整剤がモノイソプロパノールアミン、ジイソプロパノールアミンのうち1種または2種の混合物であることを特徴とした請求項1記載のNiめっきされた鋼板に用いる調質圧延液。

【請求項3】

水溶性防錆剤が安息香酸誘導体、有機カルボン酸類、有機キレート含窒素化合物のうち1種または2種以上の混合物であることを特徴とした請求項2記載のNiめっきされた鋼板に用いる調質圧延液。

【請求項4】

界面活性剤が非イオン系界面活性剤であることを特徴とした請求項3に記載のNiめっ

20

きされた鋼板に用いる調質圧延液。

【請求項 5】

水で希釈することで請求項 4 に記載の Ni めっきされた鋼板に用いる調質圧延液となる調質圧延液用原液であって、水溶性防錆剤、アルカノールアミン系アルカリ pH 調整剤、界面活性剤の合計含有量が 5 ~ 50 質量%で、残りは水および不可避免的不純物であることを特徴とした調質圧延液用原液。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、冷延鋼板の調質圧延工程において用いられる調質圧延液およびその原液に関するものである。さらに詳しくは、フラッシュめっきと呼ばれる微量 Ni めっきを施した冷延鋼板において、優れた化成処理性と脱脂性を付与する調質圧延液として好適である。

10

【背景技術】

【0002】

一般に冷間圧延され焼鈍された鋼板は、腰折れやストレッチャーストレイン発生の防止、必要な機械的性質の付与、表面の平坦化などの形状安定化、用途に適した表面粗さ付与を目的として調質圧延されることが一般的である。調質圧延ではプリキ原板やその他の特殊な場合を除いて、水溶性調質圧延液が使用されており、冷延鋼板の製造プロセスにおいても水溶性調質圧延液が使用されている。

【0003】

20

冷延鋼板は、錆発生防止効果および成形加工性向上効果を目的として、最終工程にて防錆油が塗油された状態で出荷される。自動車や家電などの需要家においては、所望の部品形状にプレス加工などの成形加工を実施し、ほとんどの場合、アルカリ脱脂液や溶剤などで脱脂し、塗装やめっきを施すため、鋼板には良好な脱脂性が求められる。

【0004】

特に自動車用鋼板は、成形加工、脱脂の後、塗装下地処理として例えばリン酸塩処理などの化成処理が施され、さらにその後、カチオン電着塗装が行われることが一般的である。電着塗装により、優れた外観や塗装後耐食性を発現するためには、その下地処理である化成処理を正常な皮膜として形成する必要がある。良好な化成処理皮膜の形成のためには、化成前処理にて結晶核生成基点を形成し、引き続き化成処理工程で化成処理皮膜結晶が成長する必要がある。

30

【0005】

冷延鋼板を連続焼鈍法にて製造する場合、良好な化成処理性を発現するために、フラッシュめっきと呼ばれる微量 Ni めっき技術が提案されている（特許文献 1、特許文献 2）。特許文献 1 では、冷延鋼板上に金属 Ni を $0.3 \sim 1.0 \text{ mg/m}^2$ 付着させる技術が提案されている。リン酸塩結晶は鋼板表面のカソード部を核として結晶が成長するが、鋼板表面上に部分的に付着した Ni と Fe の電位差により、電氣的に不均一な状態が形成され、Ni が付着している部分はカソード部となりリン酸塩結晶生成の起点となる。そして、化成処理性や塗装後耐食性の向上効果が得られる。また、特許文献 2 では、冷延鋼板上に Ni 酸化物およびまたは Ni 水酸化物が Ni 元素重量換算で $1 \sim 150 \text{ mg/m}^2$ 付着させる技術が提案されている。本技術により、化成処理浴成分の経時変化に対して敏感に反応しないような化成処理性を発現する。

40

【0006】

連続焼鈍法にて製造される冷延鋼板に対して施される Ni フラッシュめっきは、確かに化成処理性を向上させる効果があるが、脱脂性の低下が指摘される場合がある。Ni 酸化物や Ni 水酸化物が表面に形成された場合、油との親和力が強いいため、特に経時により脱脂液中に防錆油等の脱脂性劣化因子成分が混入した場合や、空気中の二酸化炭素の影響により pH が低下した場合など、脱脂工程における脱脂液変動の影響を受け、防錆油が脱脂工程にて除去されにくい場合がある。

【0007】

50

このような脱脂性劣化を抑える技術として、特許文献3では、鋼板表面の地鉄側に金属Ni層を、最表層に水酸化Ni層を有し、最表層部のNi存在割合が75～95atm%、さらにNiが元素重量換算で1～100mg/m²付着した冷延鋼板が提案されている。地鉄側に形成された金属Niにより脱脂後の化成処理において良好な反応性を示し、表層に存在する水酸化Niにより下層の金属Niが最表層に顔をだす割合を95atm%以下に制御することにより化成処理液に対して敏感になりすぎ不安定になるのを防ぎ、かつ、表層部のNi存在割合を75atm%以上に制御することにより防錆油との親和力が強くなることによる脱脂性低下を防ぐことができる。また、特許文献4では、鋼板の粗度をRaで1.5μm以下とし、1～15%の水溶性有機質を含む調質圧延液の鋼板への有機質付着量を20～80mg/m²とした冷延鋼板の製造方法が提案されている。80mg/m²を超えると脱脂性が劣化するだけでなく、有機質のガム化が生じやすくなる。20mg/m²を下回る場合はドライ圧延に近い挙動となりロール面の磨耗が激しく圧延作業性が大きく低下する。有機質付着量が水溶性有機質としてはカルボン酸系、アミン塩などの防錆剤、界面活性剤が挙げられている。

【0008】

しかし、このように鋼板表面に付着させるNiを金属Ni、酸化Ni、水酸化Niの状態で層状に安定的にコントロール製造することは非常に困難であり、製造工程に対する負荷が大きい。また水溶性有機物を含む調質圧延液の鋼板への付着量を当該範囲にコントロール製造することは条件範囲に限られ、かつ、製造条件の変動などによる付着量が範囲外となった場合のロスが大きくなるという問題を抱えている。さらに、調質圧延液中に添加する水溶性有機物の種類と、その上層に塗布される防錆油の組み合わせによっては脱脂性が低下するという問題がまだ解決されていない。

【0009】

一方、水溶性調質圧延液についてもこれまでに種々の検討がなされている。従来より、水溶性調質圧延液には、鋼板の圧延率に応じて適正な摩擦係数を有すること、焼鈍後鋼板の異物や磨耗粉の煽情性に優れていること、調質圧延後の防錆油塗油工程までの防錆性を有すること、防錆油塗油後の冷延鋼板の脱脂性および化成処理性に優れることが求められる。特許文献5では、圧延油0.5～2.0体積%と炭素数8～16の二塩基酸のアルカノールアミン塩0.05～0.5体積%を含むエマルジョン型調質圧延液を用いた圧延方法が提案されている。これは防錆性を有しながら高圧下率3～10%での調質圧延が可能な技術であるが、脱脂性に関しては十分な確認がなされておらず、需要家の脱脂工程における脱脂液変動の影響を受け、防錆油が脱脂工程にて除去されにくい場合がある。特許文献6では、シクロヘキサン環を有する二塩基酸を含む調質圧延液が提案されている。これは、調質圧延液の水分がある程度乾燥した場合にテンションレベラーやブライダルロールを通過する際に発生しやすい黒色粘着物質の発生、および防錆油塗布後の鋼板表面での白濁発生を抑える効果があるとしている。特許文献7ではベンゾチアゾリルチオアルキレンカルボン酸と脂肪族カルボン酸などからなる混合カルボン酸とアミンからなる調質圧延液が提案されており、圧延時の表面キズを抑えられ、寸法精度に乱れを生じないという効果がある。特許文献8では特定のベンゾトリアゾール化合物、フェノキシアルキルカルボン酸、脂肪族カルボン酸、界面活性剤、アルカリ剤からなる調質圧延剤が提案されており、優れた防錆効果に加え、防錆油と混ざることによるガム状物質の発生(ガムアップ)を防止できるという効果がある。しかしこれらは全て上記と同様に脱脂工程における脱脂液変動の影響を受けた場合の脱脂性に関して、特に化成処理性のために処理される冷延鋼板表面に付着したNiとの組み合わせた場合の脱脂性および化成処理性に関して十分な確認がなされておらず、需要家における脱脂工程において変動を受けた場合に十分な脱脂性が得られないため一部防錆油成分が残存してしまうなどして、その後続く化成処理工程で正常な化成処理皮膜が形成されないという問題点があった。

【特許文献1】特開昭56-116883

【特許文献2】特開昭59-159989

【特許文献3】特開平7-278843

10

20

30

40

50

【特許文献4】特開2003-33802

【特許文献5】特開平6-1992

【特許文献6】特開平9-302368

【特許文献7】特開2000-87073

【特許文献8】特開2001-288492

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

本発明は、前記のような従来技術の問題点を解決し、需要家の脱脂工程において特に経時により脱脂液中に防錆油等の脱脂性劣化因子成分が混入した場合や、空気中の二酸化炭素の影響などによりpHが低下した場合など、脱脂液変動がある場合においても、それらの影響を受けずに安定した良脱脂性を有し、脱脂工程に引き続き行われる化成処理工程においても優れた化成処理性を有する冷延鋼板を得ることができる調質圧延液およびその原液を提供することを目的としている。

10

【課題を解決するための手段】

【0011】

本発明者らは前記課題を解決するために、調質圧延液組成の種々の組み合わせ検討を鋭意行った。

その結果、水溶性防錆剤中含有酸を完全に中和する以上のアルカリpH調整剤を添加することによりアルカリpH調整剤のフリーのアルカリ極性成分が防錆油中の極性成分と吸着することにより、防錆油中の極性成分と鋼板表面に形成されるNi酸化物またはNi水酸化物とが強固に吸着することを防ぎ、脱脂工程に於いて防錆油が除去しやすい効果を発揮することをつきとめた。

20

【0012】

この効果を発揮するために、水溶性防錆剤と水を主成分とし、水溶性防錆剤中含有酸を中和する特定範囲のフリーアルカリ成分を含むアルカリpH調整剤を含んだ水溶性調質圧延液を用いて調質圧延することにより、脱脂液変動の影響を受けずに安定した脱脂性と化成処理性に優れた冷延鋼板が得られることを見出した。

【0013】

本発明は、このような知見をもとにして完成されたものであり、その要旨とするところは、

30

「(1)質量%で水溶性防錆剤：1～6%、アルカノールアミン系アルカリpH調整剤：0.8～5.5%、界面活性剤：0.005～1%、残りは水および不可避免的不純物からなり、かつ前記水溶性某製剤、アルカノールアミン系アルカリpH調整剤、界面活性剤の合計が3～8質量%であって、水溶性防錆剤中含有酸1molに対して2倍mol以上4倍mol以下のアルカノールアミン系アルカリpH調整剤を含むことを特徴とするNiめっきされた鋼板に用いる調質圧延液。(2)アルカノールアミン系アルカリpH調整剤がモノイソプロパノールアミン、ジイソプロパノールアミンのうち1種または2種の混合物であることを特徴とした(1)のNiめっきされた鋼板に用いる調質圧延液。(3)水溶性防錆剤が安息香酸誘導体、有機カルボン酸類、有機キレート含窒素化合物のうち1種または2種以上の混合物であることを特徴とした(2)のNiめっきされた鋼板に用いる調質圧延液。(4)界面活性剤が非イオン系界面活性剤であることを特徴とした(3)のNiめっきされた鋼板に用いる調質圧延液。(5)水で希釈することで(4)に記載のNiめっきされた鋼板に用いる調質圧延液となる調質圧延液用原液であって、水溶性防錆剤、アルカノールアミン系アルカリpH調整剤、界面活性剤の合計含有量が5～50質量%で、残りは水および不可避免的不純物であることを特徴とした調質圧延液用原液。」である。

40

【0014】

即ち、本発明ではNi酸化物やNi水酸化物と防錆油の極性成分が強固に吸着するのを防ぎ、脱脂工程において防錆油を除去しやすくするためには、アルカリpH調整剤の一部のフリーアルカリ極性成分が、防錆油の極性成分と鋼板表面のNi酸化物やNi水酸化物

50

の吸着を弱めるために、水溶性防錆剤中の含有酸 1 mol に対し 2 ~ 4 倍 mol のアルカリ pH 調整剤を含有することを特徴とするものである。

【発明の効果】

【0015】

本発明の調質圧延液は、脱脂液変動がある場合においても、それらの影響を受けずに安定した良脱脂性を有し、脱脂工程に引き続き行われる化成処理工程においても優れた化成処理性を有する冷延鋼板を得られることから、自動車用部品あるいは家電用部品において、所望形状への加工や、溶接などを行った後、加工油や防錆油を脱脂し下地処理形成のための化成処理が施される冷延鋼板用調質圧延液として好適である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0016】

以下本発明の内容について詳細に説明する。

本発明における調質圧延液は、水溶性防錆剤と水を主成分とし、含有酸に対し特定範囲のフリーアルカリ成分を含むアルカリ pH 調整剤を含む。

主成分としての水は特に制限されず、純水、脱イオン水、水道水などが使用できるが、水中に存在する各種イオンが水溶性防錆剤やアルカリ pH 調整剤や界面活性剤の効果に影響を与える場合があるため、純水または脱イオン水が好ましい。

【0017】

水溶性防錆剤は、従来の水溶性調質圧延液や湿潤式調質圧延用途に開発されたものであればよく、例えば、亜硝酸ナトリウムなどの亜硝酸塩とエタノールアミン誘導体との混合物、安息香酸ナトリウムなどの安息香酸誘導体、1 - ヒドロキシベンゾトリアゾール、1 - ヒドロキシトリルベンゾトリアゾール、5 - メチルベンゾトリアゾール、カルボキシベンゾトリアゾールなどのベンゾトリアゾール化合物やイミダゾールやベンズインダゾールなどのインダゾール化合物などの含窒素化合物系、有機カルボン酸類などが挙げられる。

ただし、亜硝酸塩とアルカノールアミンが共存する場合、反応してニトロソアミンが生成することがわかっており、人体への悪影響があるため注意を要する。

【0018】

有機カルボン酸類としては、例えば、コハク酸、アジピン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ウンデカン二酸、スベリン酸等の脂肪族二塩基酸、p - ニトロ安息香酸、シクロヘキサンジカルボン酸などの芳香族ジカルボン酸などが挙げられる。これらは単独あるいは複数を組み合わせて用いることができる。

【0019】

ヒドロキシベンゾトリアゾール化合物やメチルベンゾトリアゾール化合物やインダゾール化合物などの有機キレート含窒素化合物系防錆剤は鋼板表面の鉄と反応し不溶性の鉄キレート皮膜を形成するため防錆性効果が大きい。また、安息香酸誘導体や有機カルボン酸類は酸化皮膜生成を促進しアノード反応を抑制するため防錆効果が大きい。亜硝酸ナトリウムなどの亜硝酸塩とエタノールアミン誘導体との混合物は鋼板表面に化学吸着しアノード反応を抑制する。

【0020】

尚、これら水溶性防錆剤の濃度は 1 ~ 6 質量% の範囲が好ましく、1 質量% 未満では鋼板に付与する防錆力が十分でなく、6 質量% 超では併用するアルカリ pH 調整剤の水溶性防錆剤に対する添加量が低下するため、後述するように防錆油の脱脂性が低下してしまうことに加えて、ガムアップ性が低下するため望ましくない。

【0021】

脂肪族二塩基酸や芳香族ジカルボン酸などの前記防錆剤が水に溶解すると酸性を示すため、調質圧延液の pH を中性以上に保持する必要がある。その中和剤としてアルカリ pH 調整剤が用いられる。

【0022】

アルカリ pH 調整剤としては、アンモニア、水酸化カリウムや水酸化 Na などがあるが、これらは作業性や鋼板表面への悪影響などの観点から好ましくなく、アミン類が一般的

10

20

30

40

50

に用いられる。

【 0 0 2 3 】

アルカリ pH 調整剤として用いられるアミン類は、アルカノールアミン、低級アルキルアミン類、低級アルキルアルカノールアミン類、ポリアミン類、環状アミン類などが挙げられる。

この中でも特に、アルカノールアミンを用いることが望ましい。アルカノールアミンとしては、エタノールアミン、イソプロパノールアミン、ジエタノールアミン、ジイソプロパノールアミン、ジブタノールアミン、トリエタノールアミン等が挙げられる。親水基であるアミノ基側が鋼板表面に吸着することにより防錆効果を有すると共に pH 調整効果も併せ持つ。ただし、疎水性が強くなる場合は水溶液中で乳化する傾向を示すようになるため、炭化水素基中の炭素数が 6 を超える場合は液安定性を確認する必要がある。

尚、これらアルカノールアミン系 pH 調整剤の濃度は 0 . 8 ~ 5 . 5 質量% の範囲が好ましく、0 . 8 質量% 未満ではアルカリ pH 調整剤の水溶性防錆剤に対する添加量が低下するため防錆油の脱脂性が低下し、5 . 5 質量% 超では水溶性防錆剤に対するアルカリ pH 調整剤の添加量が多すぎるため、鋼板に付与する防錆力が不十分となるため望ましくない。

【 0 0 2 4 】

アルカリ pH 調整剤は、水溶性防錆剤中含有酸 1 m o l 量に対して 2 倍 m o l 以上 4 倍 m o l 以下の添加量であることが必要である。水溶性防錆剤中含有酸を完全に中和する以上のアルカリ pH 調整剤を添加することによりアルカリ pH 調整剤のフリーのアルカリ極性成分が防錆油中の極性成分と吸着することにより、防錆油中の極性成分と鋼板表面に形成される Ni 酸化物または Ni 水酸化物とが強固に吸着することを防ぐ。そのため、図 1 に示すように、脱脂工程に於いて防錆油の良好な脱脂性を発揮するためには 2 倍 m o l 以上必要である。そして、良好な脱脂性を確保された場合、その後の工程で処理される化成処理も安定して処理可能となる。一方、図 1 に示すように、4 倍 m o l を超えるアルカリ pH 調整剤を添加した場合は、良好な脱脂性は維持されるがその効果は飽和するため経済的な観点からも好ましくなく、水溶性防錆剤が鋼板表面に吸着する能力を低下させることになるため防錆能力が低下するため好ましくない。

【 0 0 2 5 】

界面活性剤は、鋼板表面への液の均一塗布性向上(塗れ性)、圧延時の摩擦係数低減による潤滑性向上、鋼板表面を清浄に保つ洗浄性向上、液取り扱い時や塗布時の発泡を抑える消泡性向上、耐ガムアップ性向上、直接塗装性の向上などの目的のために添加される。なお、ガムアップとは調質圧延液成分と防錆油成分からなる粘着状物質が生成し、その粘着状物質が鉄粉などの異物を巻き込んで堆積する現象である。カチオン系界面活性剤、アニオン系界面活性剤、非イオン系界面活性剤など様々な界面活性剤があるが、水溶性防錆剤およびアルカリ pH 調整剤の効果を低下させず、均一塗布性、潤滑性、洗浄性、消泡性、耐ガムアップ性を向上できるという点から、親油性基と親水性基の両方の構造を併せ持つ非イオン系界面活性剤が望ましい。

【 0 0 2 6 】

非イオン界面活性としてはポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレングリコール、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレングリコールブロックコポリマー等が挙げられる。

【 0 0 2 7 】

界面活性剤は全液量の 0 . 0 0 5 ~ 1 質量% であることが望ましい。全液量の 0 . 0 0 5 質量% よりも少ない場合は効果が不十分で、1 質量% を超えると効果が飽和するだけでなく防錆剤による防錆性向上効果が低下するため望ましくない。

【 0 0 2 8 】

実際に本調質圧延液を調質圧延機にて用いる場合の本件の有効成分である水溶性防錆剤、アルカノールアミン系アルカリ pH 調整剤、界面活性剤の合計濃度は、3 ~ 8 質量% に

10

20

30

40

50

て使用されることが好ましい。前記範囲外では、後述する鋼板表面に残存する調質圧延液の残油有機物量が得られない上に調質圧延の潤滑に影響がでる。また3質量%未満では防錆性が低下し、8質量%超では効果が飽和し、本件有効成分がラインのロールにビルドアップし鋼板に転写されて品質に影響を及ぼすことがある。

【0029】

本調質圧延液を製造元から調質圧延機まで搬入する場合、本件の有効成分を濃縮して搬入し、水で適当な濃度に希釈して使用することが好ましい。その際、調質圧延機に搬入される調質圧延液原液の本件有効成分（水溶性防錆剤、アルカリpH調整剤、非イオン系界面活性剤）の合計は、液安定性および溶解性および経済性の観点から8～50質量%が望ましい。

10

【0030】

なお、調質圧延液およびその原液には、前記の水溶性防錆剤、アルカリpH調整剤、界面活性剤以外にも、その目的や効果を損なわない範囲で、各種の有機系あるいは無機系の添加剤を含んでいても差し支えない。このような添加剤の例としては、長期保管やタンク内放置時の空気との接触によるカビの発生や腐食を抑制するための殺菌剤、圧延時の焼きつき防止のための極圧添加剤、液性状を制御するための粘度調整剤などがある。

【0031】

本発明の調質圧延液を使用する対象物である圧延物は、普通炭素鋼、高炭素鋼、高張力鋼板などの冷延鋼板であるが、特に、鋼板表面に微量のNiを付着させた冷延鋼板が好適である。Ni付着により、化成処理性や防錆性の向上効果が得られる。付着量がほぼ0～2mg/m²の低付着量範囲でも化成処理性および防錆性の向上効果は認められるが、3～15mg/m²の付着量範囲が化成処理性および防錆性の観点から望ましい。Ni付着量が15mg/m²を超える場合であってもある程度の範囲までは化成処理性および防錆性向上効果はあるが、後述するように、防錆油中の極性成分とNi酸化物またはNi水酸化物との吸着力が増加することによると考えられる脱脂性低下が顕著になることと、Ni付着量増加という経済的観点からも好ましくない。Ni付着方法は化学めっき、電気めっき、気相めっきなどいずれの方法を用いてもよく特に限定するものではない。例えば、硫酸Ni6水和物からなるめっき液にて電気めっきすることで形成可能である。Ni付着量はめっき通電量を増減することにより容易にコントロール可能である。例えば電気Niめっきの場合、めっきされる鋼板表面へのNiイオンの供給が十分な場合、金属Niが析出するが、Niイオンの拡散不足（あるいは供給不足）が起こった場合、プロトンの消費により界面部でのpHが上昇するため、Ni水和酸化物が生成すると考えられる。そのため、鋼板表面に形成されたNiは金属Niのみならず酸化Niおよび水酸化Niの混合物の状態であると考えられる。そのため、防錆油中の極性成分とNi酸化物またはNi水酸化物との吸着力により、脱脂工程での防錆油の除去が困難となり脱脂性が低下すると考えられる。

20

30

【0032】

本発明の調質圧延液を用いた圧延方法は、従来と同様、必要な機械的特性や用途に適した表面粗さにより、圧延荷重、圧延ロール表面仕上げ、圧延速度などの圧延条件を選択すればよく、圧延機は、シングルスタンド圧延機、2スタンド圧延機など既存の圧延機を用いることができる。圧延ロールも必要な表面粗さに仕上げるためにブライトロールや表面粗さの異なるダルロールを用いることができる。調質圧延液は、スプレーにより圧延ロールに噴霧し付着させることにより、鋼板圧延時に鋼板とロールの隙間に供給され均一に圧延される。

40

【0033】

圧延された後の鋼板表面に残存する調質圧延液の残有機物量は、片面あたり90mg/m²～300mg/m²の範囲が好ましい。片面あたり90mg/m²を下回ると鋼板表面での防錆効果が十分でなくなり、防錆油中の極性成分と鋼板表面が強固に吸着することを防ぐ効果が不十分となり十分な脱脂性が得られないため好ましくない。90mg/m²以上であれば、良好な脱脂性を発現するが、脱脂工程が大きく変動した場合でも影響を受け

50

ない安定した脱脂性という観点からは 100 mg/m^2 以上であることがより好ましい。また、通常の操業条件下においては鋼板表面に残存する水溶性調質圧延液の残有機物量が 300 mg/m^2 を超えることは稀有であり、 300 mg/m^2 を超えたとしても防錆性向上効果が飽和することと、鋼板表面に有機残存物が大量に残るため圧延後のロール接触時にロールへの有機残存物がビルドアップすることによる鋼板表面への押しキズ発生など操業上の問題を発生させることから好ましくない。圧延された後の鋼板表面に残存する水溶性調質圧延液の残有機物量の測定は、例えば、調質圧延後の鋼板から切板サンプルを準備し、エタノールやアセトンなどの有機溶剤に浸漬し、調質圧延液を抽出した後、その抽出液を液体クロマトグラフィ分析し、圧延液を構成する各成分の定量を行うことで可能である。または、イオン交換水を用いて鋼板表面を洗浄した液について吸光度を測定し、あらかじめ濃度既知の有機物含有水を用いて作成しておいた検量線により濃度を測定、液量と洗浄面積から定量を行うことが可能である。

10

【0034】

本発明の調質圧延液を用いて圧延された冷延鋼板は、防錆性確保のため一般的に調質圧延後に防錆油を塗布される。塗布される防錆油としては従来から用いられている既知の防錆油が使用される。例えば、石油炭化水素からなる鉱物油を主成分とし、石油スルホン酸ナトリウム塩、石油スルホン酸バリウム塩、石油スルホン酸カルシウム塩、脂肪酸バリウム塩などの防錆添加剤を含有したものなどが挙げられる。

【実施例】

【0035】

以下、実施例および比較例により、本発明を具体的に説明する。

水溶性防錆剤中含有酸の mol 量と同等 mol 量のアミン系 pH 調整剤からなる塩および界面活性剤を水に溶解した調質圧延液をベースとし、アミン系 pH 調整剤の添加量を過剰に添加した各種液を作成した（実施例 1 ~ 10 および比較例 1 ~ 12）。各調質圧延液は、70 の水に攪拌しながら各成分を添加し、均一に溶解した後、室温まで冷却することにより作成した。なお、各成分は市販試薬を使用し、界面活性剤については以下を使用した。

20

【0036】

- ・ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤
ライオン製レオコール S C I

30

- ・ポリオキシエチレンポリオキシプロピレングリコールブロックコポリマー界面活性剤
三洋化成工業製ニューポール P E 6 4

- ・ポリオキシアルキレンアルキルエーテル界面活性剤
三洋化成工業製ナロアクティ C L - 1 0 0

【0037】

< 液 A 1 : 酸に対するアミン量 2 倍 mol の調質圧延液原液 >

脱イオン水		73.2 質量%	
水性防錆剤	p ニトロ安息香酸	9.9 質量%	40
	1 - ヒドロキシベンゾトリアゾール	7.6 質量%	
	水性防錆剤 計	17.5 質量%	
アルカノールアミン系			
アルカリ pH 調整剤	イソプロパノールアミン	8.8 質量%	
	(酸に対するアルカリ pH 調整剤 2 倍 mol)		
界面活性剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	0.5 質量%	
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	26.8 質量%	

上記組成からなる調質圧延液原液。

【0038】

< 液 A 2 : 酸に対するアミン量 4 倍 mol の調質圧延液原液 >

50

脱イオン水		67.3 質量%
水性防錆剤	pニトロ安息香酸	9.1 質量%
	1-ヒドロキシベンゾトリアゾール	7.0 質量%
	水性防錆剤 計	16.1 質量%

アルカノールアミン系		
アルカリpH調整剤	イソプロパノールアミン	16.1 質量%
	(酸に対するアルカリpH調整剤4倍mol)	
界面活性剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	0.5 質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	32.7 質量%

上記組成からなる調質圧延液原液。

10

【0039】

<液A3：界面活性剤量0.05%の調質圧延液原液>

脱イオン水		73.6 質量%
水性防錆剤	pニトロ安息香酸	9.9 質量%
	1-ヒドロキシベンゾトリアゾール	7.6 質量%
	水性防錆剤 計	17.5 質量%

アルカノールアミン系		
アルカリpH調整剤	イソプロパノールアミン	8.8 質量%
	(酸に対するアルカリpH調整剤2倍mol)	
界面活性剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	0.05 質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	26.35 質量%

20

上記組成からなる調質圧延液原液。

【0040】

<液A4：界面活性剤量2%の調質圧延液原液>

脱イオン水		72.2 質量%
水性防錆剤	pニトロ安息香酸	9.7 質量%
	1-ヒドロキシベンゾトリアゾール	7.5 質量%
	水性防錆剤 計	17.2 質量%

アルカノールアミン系		
アルカリpH調整剤	イソプロパノールアミン	8.6 質量%
	(酸に対するアルカリpH調整剤2倍mol)	
界面活性剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	1.96 質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	27.76 質量%

30

上記組成からなる調質圧延液原液。

【0041】

<液B1：酸とアミンが当mol量の調質圧延液原液> 注：アミン系pH調整剤下限未満

脱イオン水		76.6 質量%
水性防錆剤	pニトロ安息香酸	10.3 質量%
	1-ヒドロキシベンゾトリアゾール	8.0 質量%
	水性防錆剤 計	18.3 質量%

40

アルカノールアミン系		
アルカリpH調整剤	イソプロパノールアミン	4.6 質量%
	(酸に対するアルカリpH調整剤1倍mol)	
界面活性剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	0.5 質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	23.4 質量%

上記組成からなる調質圧延液原液。

【0042】

<液B2：酸に対するアミン量1.5倍molの調質圧延液原液>

脱イオン水		74.9 質量%
-------	--	----------

50

水声防錆剤	pニトロ安息香酸	10.1質量%
	1-ヒドロキシベンゾトリアゾール	7.8質量%
	水性防錆剤 計	17.9質量%

アルカノールアミン系	イソプロパノールアミン	6.7質量%
アルカリpH調整剤	(酸に対するアルカリpH調整剤1.5倍mol)	

界面活性剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	0.5質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	25.1質量%

上記組成からなる調質圧延液原液。

【0043】

<液B3：酸に対するアミン量4.5倍molの調質圧延液原液>

脱イオン水		66.0質量%
水性防錆剤	pニトロ安息香酸	8.9質量%
	1-ヒドロキシベンゾトリアゾール	6.9質量%
	水性防錆剤 計	15.8質量%

アルカノールアミン系	イソプロパノールアミン	17.7質量%
アルカリpH調整剤	(酸に対するアルカリpH調整剤4.5倍mol)	

界面活性剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	0.5質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	34.0質量%

上記組成からなる調質圧延液原液。

【0044】

<液B4：界面活性剤量0.008%の調質圧延液原液>

脱イオン水		73.6質量%
水性防錆剤	pニトロ安息香酸	9.9質量%
	1-ヒドロキシベンゾトリアゾール	7.6質量%
	水性防錆剤 計	17.5質量%

アルカノールアミン系	イソプロパノールアミン	8.8質量%
アルカリpH調整剤	(酸に対するアルカリpH調整剤2倍mol)	

界面活性剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	0.008質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	26.308質量%

上記組成からなる調質圧延液原液。

【0045】

<液A5：酸及びアルカリpH調整剤変更、酸に対するアミン量2倍molの調質圧延液原液>

脱イオン水		70.9質量%
水性防錆剤	ドデカン二酸	6.4質量%
	安息香酸ナトリウム	7.4質量%
	水性防錆剤 計	13.8質量%

アルカノールアミン系	ジイソプロパノールアミン	14.7質量%
アルカリpH調整剤	(酸に対するアルカリpH調整剤2倍mol)	

界面活性剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	0.5質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	29.0質量%

上記組成からなる調質圧延液原液。

【0046】

<液A6：酸及びアルカリpH調整剤変更、酸に対するアミン量4倍molの調質圧延液原液>

脱イオン水		61.8質量%
-------	--	---------

10

20

30

40

50

水性防錆剤	ドデカン二酸	5.6 質量%
	安息香酸ナトリウム	6.4 質量%
	水性防錆剤 計	12.0 質量%

アルコールアミン系		
アルカリ pH 調整剤	ジイソプロパノールアミン	25.7 質量%
	(酸に対するアルカリ pH 調整剤 4 倍 mol)	

界面活性剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	0.5 質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	38.2 質量%

上記組成からなる調質圧延液原液。

【0047】

<液 B5 : 酸及びアルカリ pH 調整剤変更、酸とアミンが当 mol 量の調質圧延液原液 >

脱イオン水		76.6 質量%
水性防錆剤	ドデカン二酸	7.0 質量%
	安息香酸ナトリウム	8.0 質量%
	水性防錆剤 計	15.0 質量%

アルコールアミン系		
アルカリ pH 調整剤	ジイソプロパノールアミン	8.0 質量%
	(酸に対するアルカリ pH 調整剤 1 倍 mol)	

界面活性剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	0.5 質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	23.5 質量%

上記組成からなる調質圧延液原液。

【0048】

<液 B6 : 酸及びアルカリ pH 調整剤変更、酸に対するアミン量 1.5 倍 mol の調質圧延液原液 >

脱イオン水		73.7 質量%
水性防錆剤	ドデカン二酸	6.7 質量%
	安息香酸ナトリウム	7.7 質量%
	水性防錆剤 計	14.4 質量%

アルコールアミン系		
アルカリ pH 調整剤	ジイソプロパノールアミン	11.5 質量%
	(酸に対するアルカリ pH 調整剤 1.5 倍 mol)	

界面活性剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	0.5 質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	26.4 質量%

上記組成からなる調質圧延液原液。

【0049】

<液 B7 : 酸及びアルカリ pH 調整剤変更、酸に対するアミン量 4.5 倍 mol の調質圧延液原液 >

脱イオン水		59.9 質量%
水性防錆剤	ドデカン二酸	5.4 質量%
	安息香酸ナトリウム	6.2 質量%
	水性防錆剤 計	11.6 質量%

アルコールアミン系		
アルカリ pH 調整剤	ジイソプロパノールアミン	28.0 質量%
	(酸に対するアルカリ pH 調整剤 4.5 倍 mol)	

界面圧制剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	0.5 質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	40.1 質量%

上記組成からなる調質圧延液原液。

【0050】

<液 A7 : 界面活性剤変更、酸に対するアミン量 2 倍 mol の調質圧延液原液 >

脱イオン水		73.2 質量%
-------	--	----------

10

20

30

40

50

水性防錆剤	pニトロ安息香酸	9.9質量%
	1-ヒドロキシベンゾトリアゾール	7.6質量%
	水性防錆剤 計	17.5質量%

アルコールアミン系

アルカリpH調整剤	イソプロパノールアミン	8.8質量%
	(酸に対するアルカリpH調整剤2倍mol)	

界面活性剤	ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン	
	グリコールブロックコポリマー界面活性剤	0.5質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	26.8質量%

上記組成からなる調質圧延液原液。

10

【0051】

<液B8：界面活性剤変更、酸とアミンが当mol量の調質圧延液原液>

脱イオン水		76.6質量%
水性防錆剤	pニトロ安息香酸	10.3質量%
	1-ヒドロキシベンゾトリアゾール	8.0質量%
	水性防錆剤 計	18.3質量%

アルコールアミン系

アルカリpH調整剤	イソプロパノールアミン	4.6質量%
	(酸に対するアルカリpH調整剤1倍mol)	

界面活性剤	ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン	
	グリコールブロックコポリマー界面活性剤	0.5質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	23.4質量%

20

上記組成からなる調質圧延液原液。

【0052】

<液A8：界面活性剤変更、酸に対するアミン量2倍molの調質圧延液原液>

脱イオン水		73.2質量%
水性防錆剤	pニトロ安息香酸	9.9質量%
	1-ヒドロキシベンゾトリアゾール	7.6質量%
	水性防錆剤 計	17.5質量%

アルコールアミン系

アルカリpH調整剤	イソプロパノールアミン	8.8質量%
	(酸に対するアルカリpH調整剤2倍mol)	

界面活性剤	ポリオキシアルキレンアルキルエーテル界面活性剤	0.5質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	26.8質量%

30

上記組成からなる調質圧延液原液。

【0053】

<液B9：界面活性剤変更、酸とアミンが当mol量の調質圧延液原液>

脱イオン水		76.6質量%
水性防錆剤	pニトロ安息香酸	10.3質量%
	1-ヒドロキシベンゾトリアゾール	8.0質量%
	水性防錆剤 計	18.3質量%

40

アルコールアミン系

アルカリpH調整剤	イソプロパノールアミン	4.6質量%
	(酸に対するアルカリpH調整剤1倍mol)	

界面活性剤	ポリオキシアルキレンアルキルエーテル界面活性剤	0.5質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	23.4質量%

上記組成からなる調質圧延液原液。

【0054】

<液B10> (注：防錆剤質量濃度下限未満の水準)

脱イオン水		75.4質量%
-------	--	---------

50

水性防錆剤	ドデカン二酸	3.9 質量%
	安息香酸ナトリウム	1.7 質量%
	水性防錆剤 計	5.6 質量%

アルカノールアミン系

アルカリ pH 調整剤	ジイソプロパノールアミン	18.5 質量%
	(酸に対するアルカリ pH 調整剤 4 倍 mol)	

界面活性剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	0.5 質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	24.6 質量%

上記組成からなる調質圧延液原液。

【0055】

<液 A 9>

脱イオン水		73.2 質量%
水性防錆剤	p ニトロ安息香酸	9.9 質量%
	1 - ヒドロキシベンゾトリアゾール	7.6 質量%
	水性防錆剤 計	17.5 質量%

アルカノールアミン系

アルカリ pH 調整剤	イソプロパノールアミン	8.8 質量%
	(酸に対するアルカリ pH 調整剤 2 倍 mol)	

界面活性剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	0.5 質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	26.8 質量%

上記組成からなる調質圧延液原液。ただし、評価時は希釈後有効成分合計濃度質量%が 8 %。

【0056】

<液 B 1 1> (注：防錆剤質量濃度上限超えの水準)

脱イオン水		61.8 質量%
水性防錆剤	p ニトロ安息香酸	9.9 質量%
	1 - ヒドロキシベンゾトリアゾール	19.0 質量%
	水性防錆剤 計	28.9 質量%

アルカノールアミン系

アルカリ pH 調整剤	イソプロパノールアミン	8.8 質量%
	(酸に対するアルカリ pH 調整剤 2 倍 mol)	

界面活性剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	0.5 質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	38.2 質量%

上記組成からなる調質圧延液原液。ただし、評価時は希釈後有効成分合計濃度質量%が 8 %。

【0057】

<液 A 1 0>

脱イオン水		61.8 質量%
水性防錆剤	ドデカン二酸	5.6 質量%
	安息香酸ナトリウム	6.4 質量%
	水性防錆剤 計	12.0 質量%

アルカノールアミン系

アルカリ pH 調整剤	ジイソプロパノールアミン	25.7 質量%
	(酸に対するアルカリ pH 調整剤 4 倍 mol)	

界面活性剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	0.5 質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	38.2 質量%

上記組成からなる調質圧延液原液。ただし、評価時は希釈後有効成分合計濃度質量%が 8 %。

【0058】

<液 B 1 2> (注：pH調整剤であるアミン成分質量濃度上限超えの水準)

10

20

30

40

50

脱イオン水		58.0 質量%
水性防錆剤	ドデカン二酸	5.3 質量%
	安息香酸ナトリウム	6.0 質量%
	水性防錆剤 計	11.3 質量%
アルカノールアミン系		
アルカリpH調整剤	ジイソプロパノールアミン	30.2 質量%
	(酸に対するアルカリpH調整剤5倍mol)	
界面活性剤	ポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤	0.5 質量%
	調質圧延液の原液 有効成分 合計	42.00 質量%

上記組成からなる調質圧延液原液。ただし、評価時は希釈後有効成分合計濃度質量%が8%

10

【0059】

〔1〕冷延鋼板

厚さ0.8mmのアルミキルド鋼を、70の3%塩酸にて30秒間酸洗した後、水洗し、その後、硫酸ニッケル6水和物15g/lのNiめっき浴(めっき浴温度40)にて、5A/dm²の電流密度でNiめっきを行った。Ni付着量は通電時間を変化させてコントロールした。

【0060】

〔2〕調質圧延

(1) 小型圧延機による調質圧延

20

前記液A1~10および液B1~12を調質圧延液の原液として、圧延時の本件有効成分が表1の各質量%となるよう、脱イオン水で希釈し、ダルロール(表面粗さRa=3μm、径150mm)を装着した小型圧延機にて調質圧延を行った。圧延条件は、圧延速度10m/min、圧下率1%であった。小型圧延機出側の水切りエアの流量を調整して鋼板表面の残有機物量を調整した。

【0061】

(2) 圧延後鋼板表面に残存する調質圧延液の残有機物量測定

調質圧延後の鋼板から100mm×100mmサイズで切板サンプルを準備し、エタノール1000ccに30分間浸漬し、調質圧延液の残有機物量を抽出した後、その抽出液をエバポレーターで5mlにまで濃縮し、液体クロマトグラフィ分析した。片面当たりの残有機物量は、抽出された残有機物重量(mg)/切板サンプル面積半分(m²)で計算した。

30

【0062】

〔3〕調質圧延後の防錆油塗布

調質圧延したサンプルに防錆油(パーカー興産製ノックスラスト530F40)をラボロールコーター(ウレタンゴムロール、径150mm)を用いて塗布した。塗油量は1.0~1.5g/m²の範囲でほぼ一定とした。ロール回転数とロール圧下力により塗油量をコントロールした。

【0063】

〔4〕性能評価

40

前記各種条件にて作成した鋼板サンプルについて以下の性能評価を実施した。なお、サンプル水準と性能評価結果を表1にまとめる。

【0064】

(1) 脱脂性評価

脱脂性は、アルカリ脱脂後に水洗し、水洗後取り出した時の表面水濡れ面積率により評価した。アルカリ脱脂液は、日本パーカライジング製FC-4460Aを20g/L、FC-4460Bを12g/L、溶解した40の水溶液(pH12.1)を用いた。主成分は、炭酸ナトリウム、リン酸塩、水酸化ナトリウム、界面活性剤である。需要家における連続操業時の脱脂された防錆油の混入による液劣化やpHの変化などの工程変動を考慮すると、新液での評価では不十分であるため、日本パーカライジング製FC-4460

50

を 20 g / L 溶解した 40 のアルカリ脱脂液にあらかじめ防錆油（パーカー興産製ノックスラスト 530F）を 10 g / L 添加し、十分攪拌した後炭酸ガスを含ませることにより pH を 10 まで低下させた模擬劣化液を 20 L 作成した。この模擬劣化液をステンレス製の容器に入れ、10 mm の羽根型攪拌翼を用いて 500 rpm にて攪拌した状態で、鋼板サンプルを 2 分間浸漬しアルカリ脱脂を実施した。脱脂後、60 秒間スプレー水洗し、水洗取り出し後 30 秒後の鋼板表面の水濡れ面積率を目視にて評価した。評価は下記の判定基準に従った。

評点 : 水濡れ 95 ~ 100 %
 : 水濡れ 80 ~ 94 %
 : 水濡れ 50 ~ 79 %
 x : 水濡れ 50 % 未満

10

【0065】

(2) 化成処理性評価

前記脱脂および水洗後の鋼板サンプルに対し、表面調整剤（日本パーカライジング製ブレパレン 4040、温度 23 ）を 20 秒スプレーし、化成処理液（日本パーカライジング製パルボンド 3020、リン酸亜鉛化成処理剤、温度 42 ）に 2 分間浸漬することにより化成皮膜を形成、その後 30 秒間スプレー水洗し、乾燥した。化成処理を行ったサンプルについて、外観の目視評価、化成結晶形態の SEM 観察し、化成処理皮膜付着量を測定した。SEM 観察は、加速電圧 20 kV、倍率 3000 倍で実施した。目視での外観観察と SEM 観察の結晶形態やサイズから総合的に判断して化成処理皮膜としての良否を判断した。また、化成皮膜量は化成皮膜剥離前後の重量差から重量法により測定した。化成皮膜の剥離は、70 の 5 重量% 無水クロム酸水溶液中に鋼板を 15 分間浸漬して実施した。5 重量% 無水クロム酸水溶液は、和光純薬工業製無水クロム酸（和光規格 1 級品）をイオン交換水に添加して作成した。

20

【0066】

(3) 防錆性試験

(3-1) 屋内暴露試験

防錆油を塗布した 100 x 100 mm サイズの鋼板サンプルを 1 枚ずつサンプル架台に立てかけてサンプル保管倉庫屋内に 14 日間放置後、表面のさび、変色などの発生状況を目視評価した。評価は下記の判定基準に従った。

30

評点 : 錆、変色の発生がなし
 : 錆、変色の発生が 3 % 未満
 : 錆、変色の発生が 3 ~ 30 %
 x : 錆、変色の発生が 30 % 超

【0067】

(3-2) スタック防錆試験

防錆油を塗布した 100 x 100 mm サイズの鋼板サンプルの 5 枚重ねを一組とし、スタックした鋼板サンプルをテフロン（登録商標）シートで挟んだ後、端部 4 箇所にもルト用穴を有した 150 x 150 x 4 mm 厚のステンレス板で挟み、トルク 2 Nm でボルト締めした後、50 x 湿度 95 % の恒温恒湿試験装置に 14 日間静置したあと取り出し、積み重ねた試験サンプルの表面を目視観察した。評価は下記の判定基準に従った。

40

評点 : 錆、変色の発生がなし
 : 錆、変色の発生が 3 % 未満
 : 錆、変色の発生が 3 ~ 30 %
 x : 錆、変色の発生が 30 % 超

【0068】

(4) 耐ビルドアップ性試験

50

調質圧延した直後の鋼板サンプル（防錆油塗油なし、100×100mmサイズ）についてゴムロール絞りを行う。サンプル100枚を絞った後に、ロールを回転させながら50の温風にてロール表面を乾燥し、ロール表面への付着物発生状況を目視確認する。評価は下記の判定基準に従った。

- 評点　：付着物なし
 ：ロールの一部にごくわずかに付着物が認められる
 ：ロール全面にごくわずかに付着物が認められる
 ×：ロール全面に付着物が認められる

【0069】

10

(5) 耐ガムアップ性試験

調質圧延液10mlと防錆油（パーカー興産製ノックスラスト530F40）20mlを均一混合し100で1時間乾燥して水を蒸発させた液を、ラボロールコーター（2ロール型、ウレタンゴムロール、径150mm、回転数50rpm）のロール部に滴下し、72時間連続回転した後のロール表面状態を目視確認する。ピックアップロールとアプリケーションロールの回転はナチュラル回転で、ロールは接触した状態で回転させた。評価は下記の判定基準に従った。

- 評点　：付着物なく、液が均一に分散している
 ：液のべたつきがわずかに認められるものの付着物はない
 ：液のべたつきが認められるか、ロール一部にわずかに付着物が認められる
 ×：ロール全面に付着物が認められる

20

【0070】

以上のような条件で評価した結果を表1に示す。本発明の要件を全て満足するものは脱脂性、化成皮膜の評価、屋内暴露防錆性、スタック防錆性、耐ビルドアップ性、耐ガムアップ性の全てにおいて良好であった。

【0071】

【表 1】

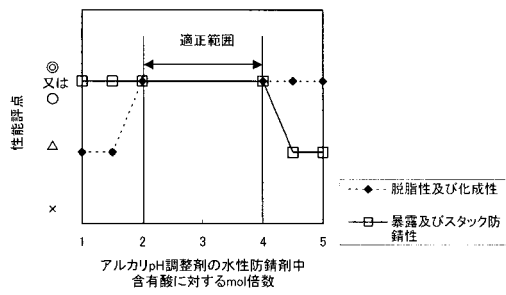
番号	調質圧延液 原液		冷延鋼板 Ni 付着量 mg/m ²	調質圧延液(圧延時、左記原液希釈後)						性能評価結果						備考
	原液の 種類	原液での 有効成分 合計濃度 質量%		水溶性 防錆剤 濃度 質量%	アルカノール pH 調整剤 濃度 質量%	界面 活性剤 濃度 質量%	水溶性 防錆剤に 含有酸に 対する アルカノール 7min系 ppH 調整剤 モル比	圧延後 有機物 残存量 mg/m ²	脱脂性	化成 皮膜量 mg/m ²	化成 皮膜 評価	屋内 暴露 防錆性 評価	スタック 防錆性 評価	耐ビルド アップ性 評価	耐カム アップ性 評価	
1	液A1	26.8	4	2.61	1.31	0.07	2倍	97	◎	2	良好	◎	◎	◎	実施例	
2	液A1	26.8	4	2.61	1.31	0.07	2倍	102	◎	2.2	良好	◎	◎	◎	実施例	
3	液A1	26.8	4	2.61	1.31	0.07	2倍	99	◎	1.9	良好	◎	◎	◎	実施例	
4	液A1	26.8	4	2.61	1.31	0.07	2倍	294	◎	2	良好	◎	◎	◎	実施例	
5	液A1	26.8	2	1.31	0.66	0.04	2倍	45	△	2	一部ムラ	△	△	◎	比較例	
6	液A2	32.7	4	1.97	1.97	0.06	4倍	109	◎	2.1	良好	◎	◎	◎	実施例	
7	液A2	32.7	10	4.93	4.93	0.15	4倍	320	◎	2.1	良好	◎	△	△	比較例	
8	液A3	26.4	4	2.66	1.34	0.01	2倍	105	◎	2	良好	◎	◎	◎	実施例	
9	液A4	27.8	4	2.47	1.24	0.29	2倍	110	◎	2.2	良好	◎	◎	◎	実施例	
10	液B1	23.4	4	3.13	0.79	0.09	1倍	130	△	2.1	一部ムラ	◎	◎	◎	比較例	
11	液B2	25.1	4	2.85	1.08	0.08	1.5倍	122	△	2	一部ムラ	◎	◎	◎	比較例	
12	液B2	25.1	2	1.43	0.54	0.04	1.5倍	66	△	2	一部ムラ	△	△	◎	比較例	
13	液B3	34.0	4	1.85	2.09	0.06	4.5倍	100	◎	2.1	良好	△	△	◎	比較例	
14	液B3	34.0	10	4.63	5.23	0.15	4.5倍	310	◎	2.1	良好	◎	△	△	比較例	
15	液B4	26.3	4	2.66	1.34	0.001	2倍	95	◎	2	良好	◎	◎	◎	比較例	
16	液A5	29.0	4	1.90	2.03	0.07	2倍	121	◎~◎	1.9	良好	◎	◎	◎	実施例	
17	液A5	29.0	2	0.95	1.02	0.04	2倍	66	△	2	一部ムラ	△	△	◎	比較例	
18	液A6	38.2	4	1.26	2.69	0.05	4倍	106	◎~◎	2.1	良好	◎	◎	◎	実施例	
19	液B5	23.5	4	2.55	1.36	0.09	1倍	110	△	2.2	一部ムラ	◎	◎	◎	比較例	
20	液B6	26.4	4	2.18	1.74	0.08	1.5倍	102	△	2.1	一部	◎	◎	◎	比較例	
21	液B7	40.1	4	1.16	2.79	0.05	4.5倍	109	◎~◎	2	良好	△	△	◎	比較例	
22	液A7	26.8	4	2.61	1.31	0.07	2倍	113	◎	2.1	良好	◎	◎	◎	実施例	
23	液B8	23.4	4	3.13	0.79	0.09	1倍	119	△	2.1	一部ムラ	◎	◎	◎	比較例	
24	液A8	26.8	4	2.61	1.31	0.07	2倍	99	◎	2.2	良好	◎	◎	◎	実施例	
25	液B9	23.4	4	3.13	0.79	0.09	1倍	106	△	2	一部ムラ	◎	◎	◎	比較例	
26	液B10	24.6	4	0.91	3.01	0.08	4倍	104	◎	2	良好	△	△	◎	比較例	
27	液A9	26.8	8	5.22	2.63	0.15	2倍	107	◎	2.2	良好	◎	◎	◎	実施例	
28	液B11	38.2	8	6.05	1.84	0.1	2倍	104	△	2.1	一部ムラ	◎	◎	△	比較例	
29	液A10	38.2	8	2.51	5.38	0.1	4倍	102	◎	2.1	良好	◎	◎	◎	実施例	
30	液B12	42.0	8	2.15	5.75	0.1	5倍	110	◎	2	良好	△	△	◎	比較例	

【図面の簡単な説明】

【 0 0 7 2 】

【 図 1 】 水溶性防錆剤中の含有酸に対するアルカノールアミン系 pH 調整剤のモル倍数の影響を示す図である。

【 図 1 】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I	
C 1 0 M 133/00	(2006.01)	C 1 0 M 133/00	
C 1 0 M 133/08	(2006.01)	C 1 0 M 133/08	
C 1 0 N 30/00	(2006.01)	C 1 0 N 30:00	A
C 1 0 N 30/12	(2006.01)	C 1 0 N 30:00	Z
C 1 0 N 40/24	(2006.01)	C 1 0 N 30:12	
		C 1 0 N 40:24	Z

(72)発明者 相馬 秀次
東京都千代田区大手町二丁目 6 番 3 号 新日本製鐵株式会社内

(72)発明者 加藤 敏
東京都千代田区大手町二丁目 6 番 3 号 新日本製鐵株式会社内

審査官 牟田 博一

(56)参考文献 特開2002-212583(JP,A)
特開2001-288492(JP,A)
特開昭60-255896(JP,A)
特開2001-354990(JP,A)
特開2003-033802(JP,A)
特開2007-016268(JP,A)
特開2008-190029(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 1 0 M 1 0 1 / 0 0 ~ 1 7 7 / 0 0
C 1 0 N 1 0 / 0 0 ~ 8 0 / 0 0
B 2 1 B 1 / 2 2