

工具表面生成物のキャラクタリゼーション によるマイクロトライボロジー挙動の解明

(課題番号 09450268)

平成9年度科学技術研究費補助金

基盤研究(B)(2)

研究成果報告書

平成11年3月

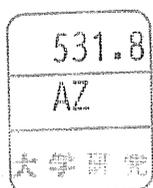
横浜国立大学附属図書館



10734125

研究代表者 小豆島 明

(横浜国立大学工学部)



はしがき

塑性加工における材料・潤滑油・工具間のトライボロジー挙動は、塑性加工の成否に大きく影響する重要な現象である。これらの現象を明らかにすることにより、現在大きな問題となっている加工表面品質や工具寿命などを推定・制御することが可能となる。特に、摩擦界面におけるミクロ的な接触状況を定量的に理解し、マイクロトライボロジー挙動を明確に検証することが現在非常に望まれている。

申請者は、昭和62年度の科研の一般研究（B）において材料・工具界面を直接観察できる装置を試作し、引抜き加工における接触界面を直接観察することに成功し、種々の知見を得ることはできたが、ミクロ的な接触状況を定量的に理解し、マイクロトライボロジー挙動を明確に検討するまでには至っていない。

本研究においては、ミクロ的な接触状況を定量的に理解するために、工具表面に被加工材から移着した表面生成物のキャラクタリゼーションを加工プロセス中に種々の測定機を用いて定量化し、塑性加工界面におけるマイクロトライボロジー挙動を検証することを目的としている。

具体的には、申請者の研究室に現有する摺動試験機及びすべり圧延形試験機を用いて、各種トライボロジー条件を変化させて試験を行い、工具表面に被加工材からの材料を生成させる実験を行う。この表面生成物のキャラクタリゼーションとして表面生成物のトポロジー、原素の定量分析、および生成物の構成物の把握のための定性分析並びに生成物の厚さ方向の原素の定量分析をできるだけ精度の高い面分析を行う。これらの分析結果から塑性加工界面の工具と材料界面での材料のミクロ的な移着現象を定量的に理解することにより、マイクロトライボロジー挙動を新たに把握するための研究を行う。

この試験の工具は、取り外しが容易で、そのままの状態ですべての分析器に装着することが可能なように設計されているので、本研究においてはできるだけその場観察による分析及び連続的な分析を行うことを目的としている。

研究組織

研究代表者： 小豆島 明 （横浜国立大学工学部教授）

研究分担者： 青木 孝史朗 （横浜国立大学工学部助手）

横浜国立大学附属図書館



10734125

研究経費

平成9年度	1,120万円
平成10年度	290万円
合計	1,410万円

研究発表

(2) 口頭発表

- 1) 青木孝史朗・太田浩嗣・小豆島明：
圧延ロール表面生成物のキャラクタリゼーションによる
トライボロジー挙動の解明（第1報ロール表面分析器の比較）
材料とプロセス Vol.8 No.2(1995)498.
- 2) 青木孝史朗・太田浩嗣・小豆島明：
コロメータを用いた微小部X線回析による
ロールコーティング分析法の開発
平成7年度春塑性加工講演論文集(1995)99-98.
- 3) 小豆島明・青木孝史朗・佐藤智彦
熱間圧延用潤滑性評価試験機の開発
材料とプロセス Vol.9 No2(1996)360.
- 4) 青木孝史朗・佐藤智彦・小豆島明
熱間圧延加工用試験機による潤滑性への添加剤効果の評価
平成8年度春塑性加工講演論文集(1996)214-215.
- 5) K. Aoki, H. Ohta, A. Azushima：
Development of the microscopic analysis for roll coating
by collimated X-ray diffraction
Proc. 5th ICTP(1996)111-114.

研究成果

[I] ロール表面生成物のキャラクタリゼーションの基礎研究

1. はじめに

圧延時に被加工材の表面物質がロール表面に付着し生成するコーティングは表面光沢に対して大きな影響を与えることが知られており、コーティング形態を粗さ、潤滑油、加工条件といった種々のトライボロジー因子に関連付けた研究が行われている。これまでの分析手法では、分析毎に測定領域を切り出し、コーティングの構成物質等に関する情報を得ていたが、塑性加工界面に生じる物理現象を理解するには、ロール表面の定性、定量的な経時変化といった類の情報が更に必要であると考えられる。

2. 実験方法

2. 1 ロールコーティングの作製

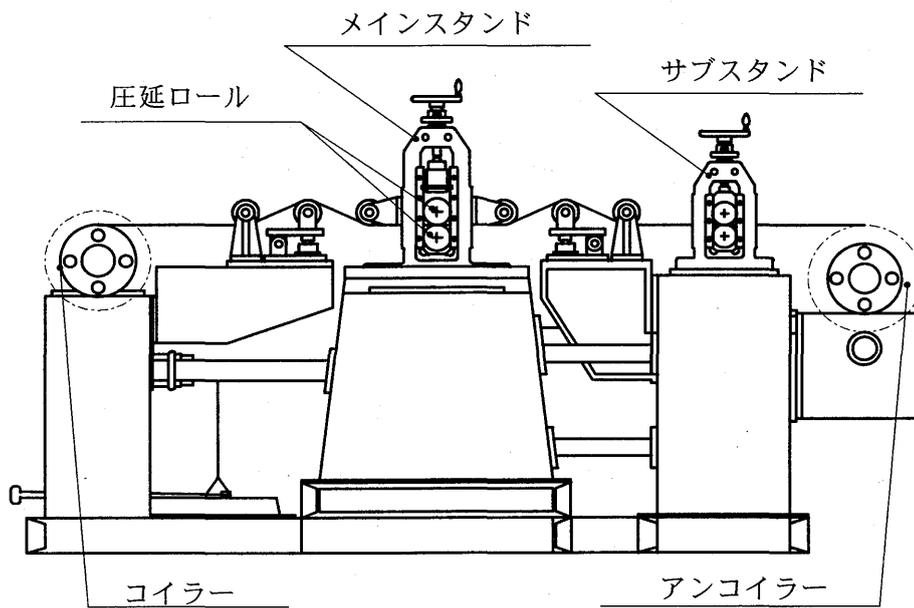


図1 2段式冷間圧延機

圧延には図1に示す2段式冷間圧延機を用いた。圧延は全て、通常の圧延よりもコーティングがロールに付着しやすい、すべり圧延で行なった。これはアンコイラーに装着された供試材がサブスタンドで速度を制御され、メインスタンドにて供試材よりも高速に回転するロールに圧延され、コイラーに巻き取られるという方法である。

図2に使用した圧延用リングロールを示す。これはロール部が軸から外れる構造になっている。材質はSUJ-2、寸法は $\phi 76 \times 35$ mmである。上ロールのみを実験毎に交換し、分析に供した。

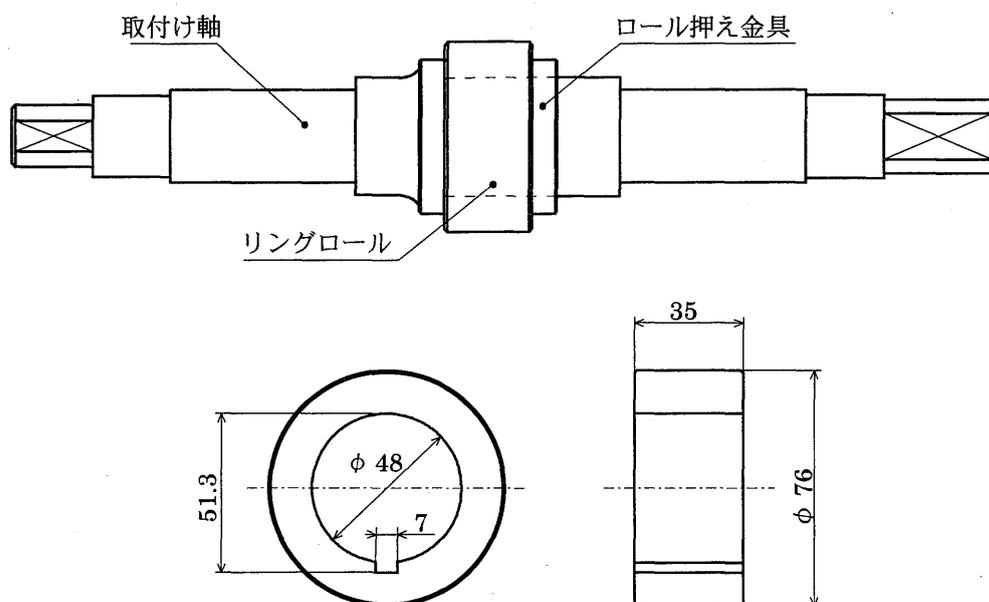


図2 圧延用リングロール

供試材にはアルミニウムA1100のコイル材（幅20mm、厚さ0.8mm、表面粗さRa 0.57 μ m）を用いた。圧延条件は圧下率10%、潤滑油 P50（粘度50cSt:40 $^{\circ}$ C）、ロール粗さRa 0.4 μ m、ロールとコイル材との速度比 5:1、圧延速度一定（10m/min.）とし、圧延距離を0.5, 2, 10, 30, 50mと変化させた5種類のコーティングを作製した。

圧延後、コーティングの一部を水酸化ナトリウム溶液を用いて採取し、フレーム型原子吸光装置にてアルミニウムの付着量を測定し、コーティング厚を算出した。各ロールのコーティング膜厚を表1に示す。

表1 各ロールの膜厚

圧延距離 (m)	0.5	2	10	30	50
膜厚 (μm)	0.020	0.052	0.12	0.45	0.60

2. 2 X線回折装置および測定方法

図3に本研究に用いたX線回折装置（理学電機RINT2200）のゴニオメータ周りの模式図を示す。従来の装置では被分析物の寸法上の制約から、測定領域をロールから切り出す必要があった。新たに作製した試料ステージではリングロールを直接装着可能であるため、試験毎にロールを消費する必要がなくなった。またX線照射部に対してロールの位置をX-Y方向に調整できるため、位置合わせ用顕微鏡を併用してコーティング面内の任意の位置における情報が得られる構造になっている。

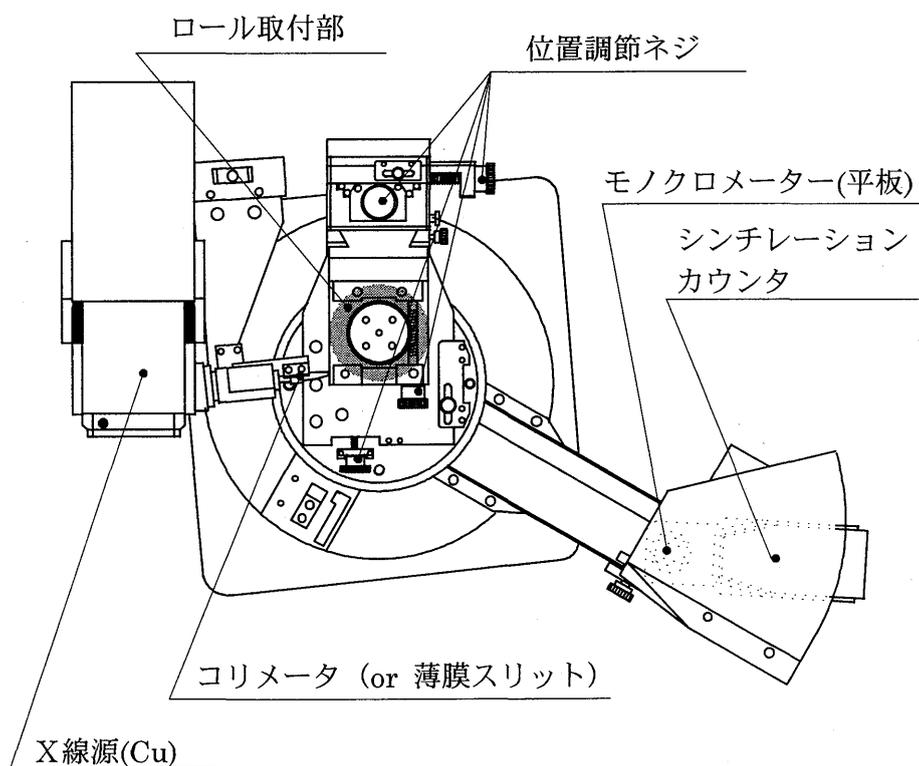


図3 ゴニオメータ模式図

通常、X線回折による分析では集中法による光学系が用いられているが、この方法ではコーティングが薄いために十分な強度の回折線が得られない。そこで薄膜試料の測定に適した平行ビーム法の光学系（薄膜法）を用いた。この方法はX線の入射角が小さいために、薄膜からの回折強度を増加できる。しかし回折強度の絶対値は小さく、ノイズの影響を受けやすい。そのため回折強度の測定方法にはFT(Fixed Time)法を用いた。これはカウンタが指定した移動量（1ステップ）毎に、計測時間として設定した時間（FT）だけ静止し、回折X線を測定する方法であり、FTを延ばすことによってS/N比を向上させる利点がある。測定に用いたX線は管電圧40kV、管電流30mAで発生させたCu-K α であり、 θ 軸（ロール）を入射X線に対し0.5°に固定し、2 θ 軸（カウンタ）を30°から150°まで走査し、回折X線を測定した。表2にX線回折の測定条件を示す。

表2 X線回折の測定条件

使用X線	Cu-k α (40kV, 30mA)
スリット	DS 1/2deg, VS 8mm
1ステップ	0.1° , FT:10sec.
θ 軸（ロール）	0.5° に固定
2 θ 軸（カウンタ）	30° ~150°
測定領域	約20×8mm
測定時間	3時間20分

2. 3 GDS 装置及び測定方法

図4にGDS装置の測定部の模式図を示す。測定には理学電機 Analymat2504を用いた。アノード径8mm、Arガス流量200cc/min、直流電圧600V、計測時間は1測定当り80秒である。表3にGDS装置の測定条件を示す。

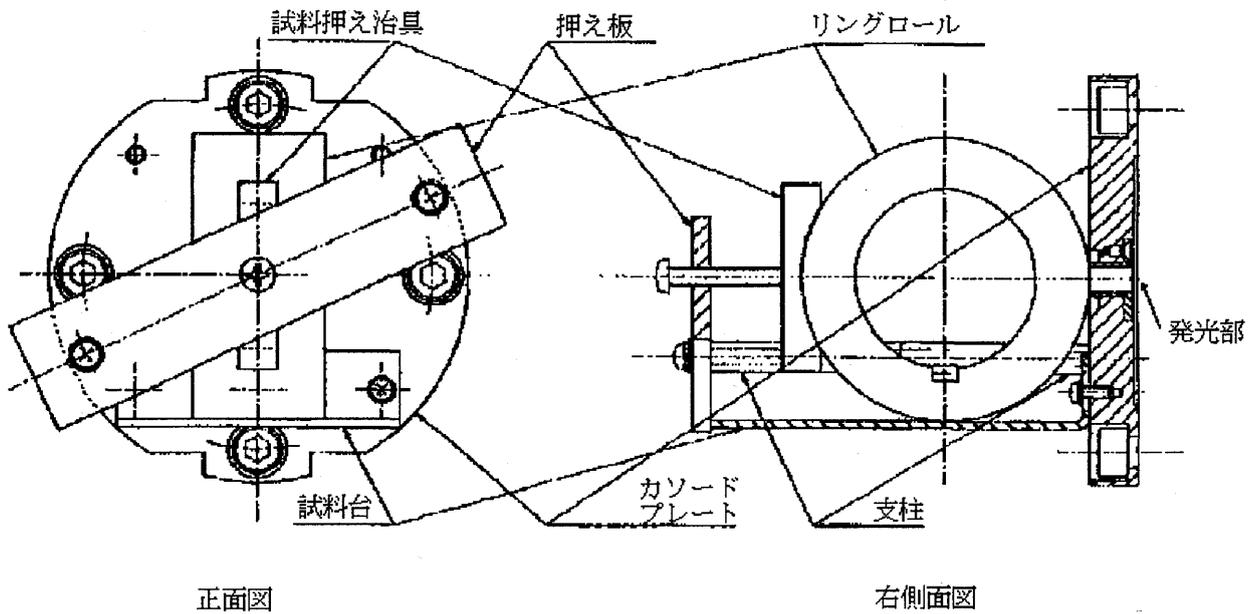


図4 GDS装置の測定部の模式図

表3 GDS装置の測定条件

電圧	600V一定
Arガス流量	200cc/min
アノード内径(測定領域)	φ4mm
測定時間	80~130sec.

2. 4 原子吸光装置及び測定方法

コーティングの一部(20x20mm)を水酸化ナトリウムで溶かして採り出し、溶液中のアルミニウム濃度を測定した。

2. 5 蛍光X線装置及び測定方法

日本電子JSX3200を用いた。管電圧30kV、管電流0.12mA、計測時間は約5分である。表4に蛍光X線の分析条件を示す。

表4 蛍光X線分析条件

使用X線	Rh (30kV, 0.16mA)
測定領域	約φ20mm (コリメータφ7mm)
測定時間	約5分

3. 実験結果及び考察

3. 1 X線回折

3. 1. 1 薄膜スリットを用いた場合

まず薄膜法による分析の可能性を確認するために、通常の薄膜法(薄膜スリットを用いる)による測定を行った。スリットにはDS1/2deg.、VS5mmを用い、1ステップを0.1°でFTを10秒とし、全てのロールについて測定を行なった。

図5に50m圧延したロールの分析結果を示す。アルミニウムと鉄の回折線は回折角が近いものが多く、アルミニウムの回折線のみが明瞭に得られるのは $2\theta=38^\circ$ 付近の(111)からの回折線だけであった。また、全てのロールにおいて酸化物、炭化物等の存在は確認できなかった。

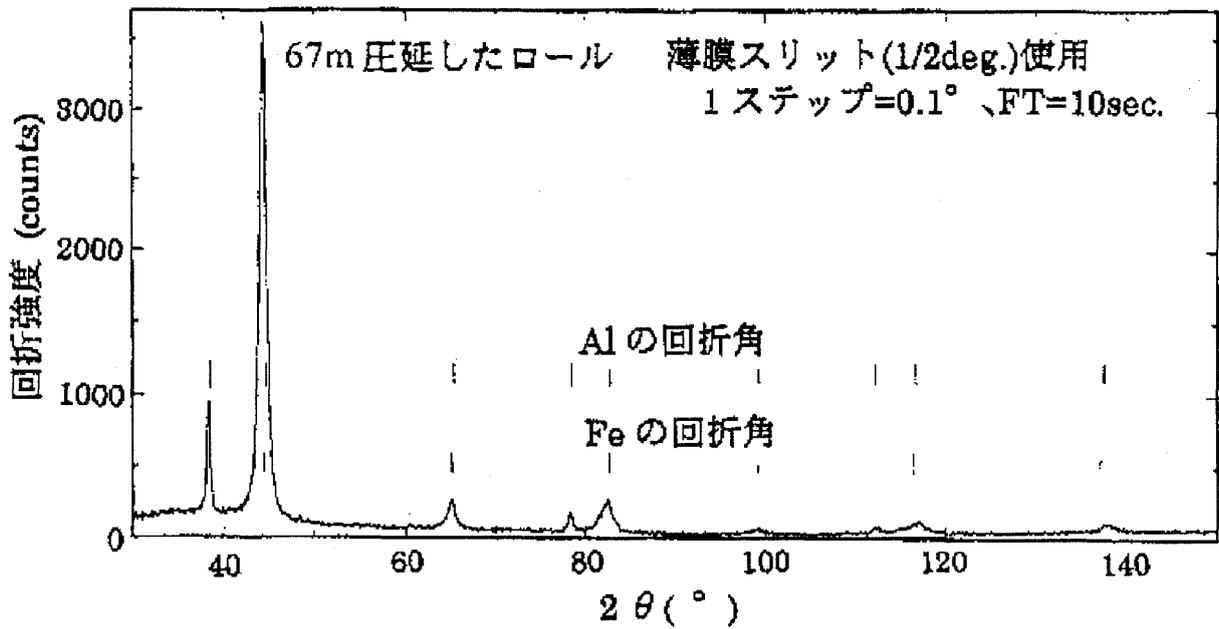


図5 薄膜法によるロールコーティングの分析結果

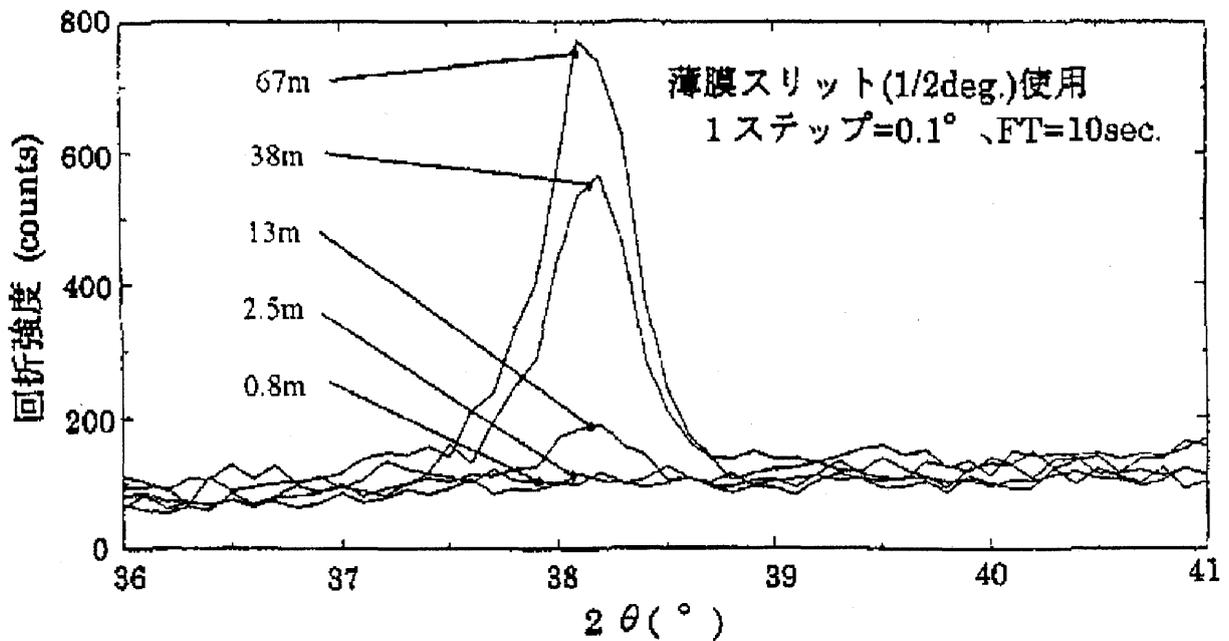


図6 圧延距離によるAl(111)回折強度の変化

図6にアルミニウム回折線強度の圧延距離による変化を示す。0.5m圧延したロールではアルミニウムからの回折線が検出不能であり、測定限界が存在することが判明した。また圧延距離と回折強度には、ほぼ比例関係が認められた。

4. 1. 2 コリメータを用いた場合

以上の結果から薄膜法による分析は可能であることが判明した。しかし薄膜スリットを使用した場合、ロールに照射されるX線の面積は $12.5(=2.5 \times 5) \text{mm}^2$ と見積もれるため、微小領域の分析には適さない。そこで照射X線をスリットよりも絞れるコリメータを使用し、分析を試みた。50m圧延したロールについてコリメータ径 $\phi 2, 1, 0.5 \text{mm}$ 、1ステップ $0.05, 0.1, 0.2^\circ$ 、FT 5, 10, 20秒をそれぞれ組み合わせて測定した。

実用的な分析条件の組み合わせの中で、薄膜スリット使用時と同等の回折強度、分解能が得られる測定条件が見出された。この測定条件と、スリットを用いた場合による分析結果を図7に示す。

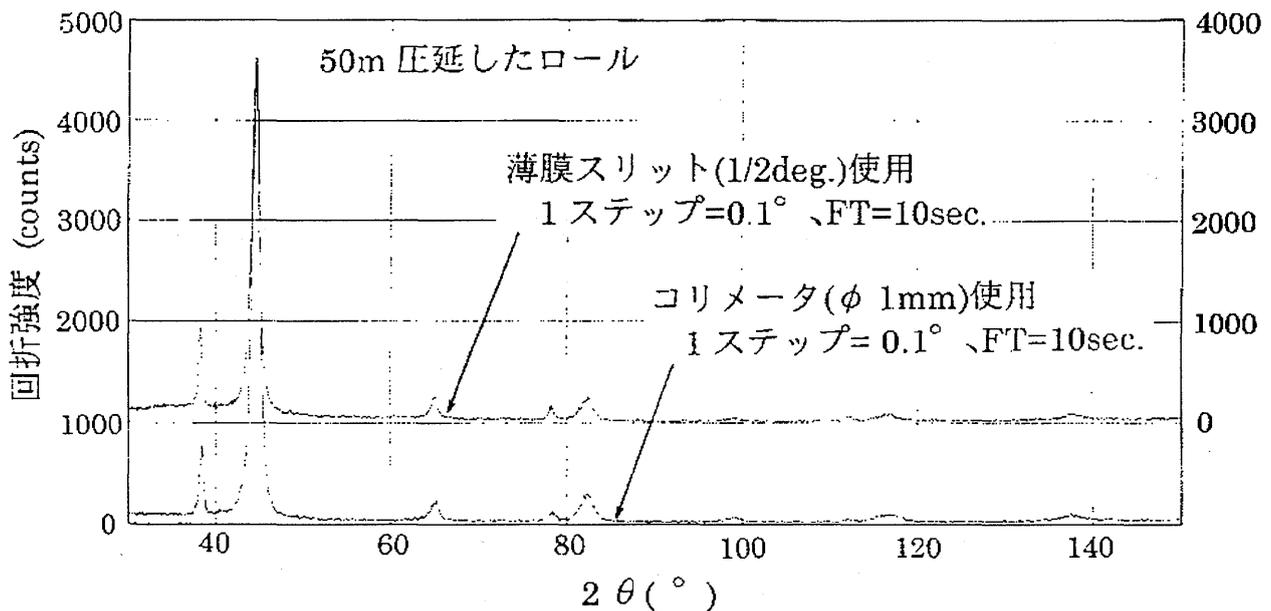


図7 コリメータ、スリットを用いた場合の分析結果

またコリメータ径とFTとの相関は、照射面積とFTの積が等しくなる条件下において、コリメータ径を小さくして計測時間を延ばしたほうがアルミニウムの回折強度が向上することが判明した。これはロール表面の曲率によって回折線の散乱が促されるため、照射面積よりも計測時間を増加した場合に回折線の計測が効率良く行われたと考えられる。

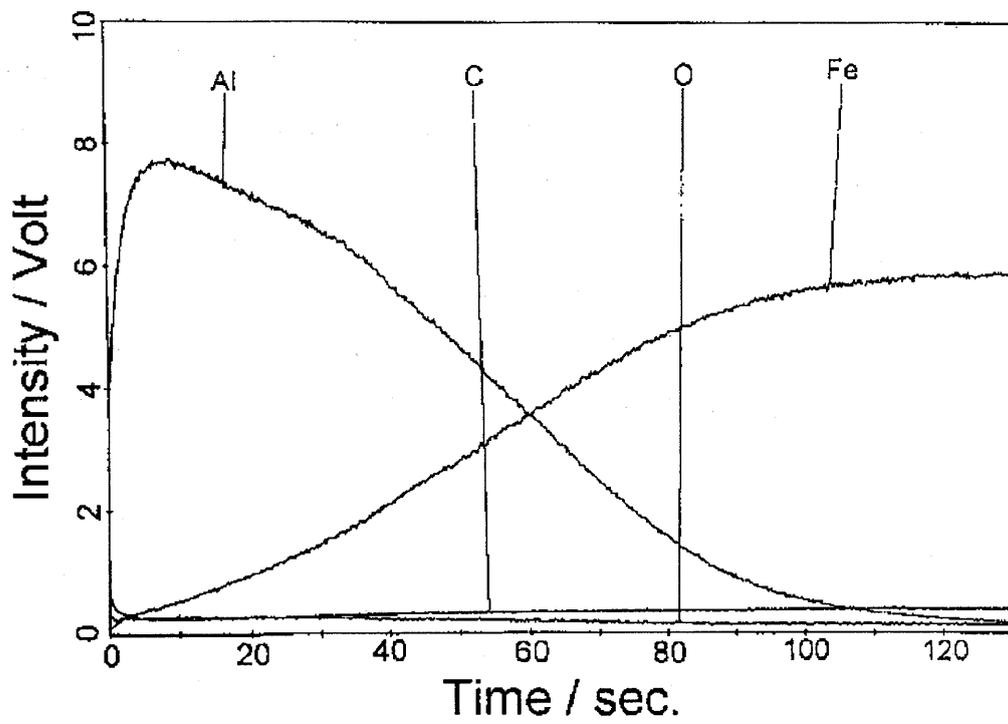


図 8 67m 圧延したロール (測定時間 130sec.) の測定結果

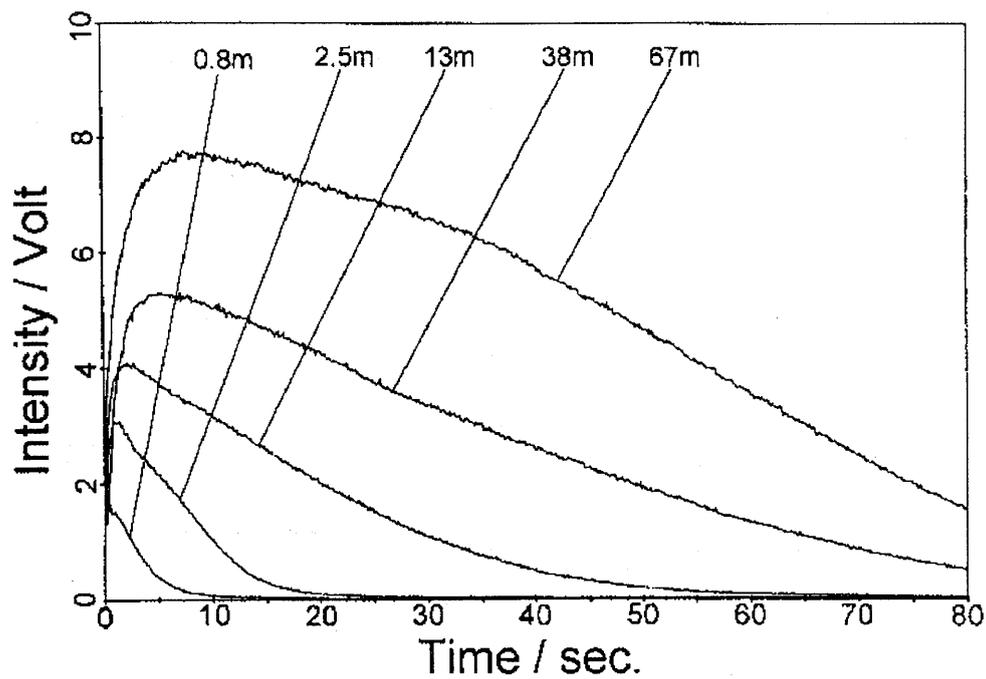


図 9 圧延距離を変化させた場合の測定結果

4. 2 GDS

図8に代表例として67m圧延したロールの結果を示す。この図は縦軸が強度、すなわち各元素の相対的な存在比率、横軸が測定時間、すなわち表面からの深さを示す。図から表面付近にはAlが多量に存在するが、徐々に減少し、下地である鉄が増加していく様子が理解される。次に図9に圧延距離を変えた場合のAlの結果をまとめたものを示す。図9から圧延距離の増加とともにAlの付着量が増加していることが理解でき、この方法では任意の元素の深さ方向の相対的な存在比率を測定するものである。

4. 3 原子吸光

コーティングの一部をNaOH水溶液に浸した脱脂綿を用いて採取し、フレーム型原子吸光装置にてアルミニウムの付着量を測定した。付着量からコーティング厚を算出した。これは1ロールにつき2カ所行い、測定領域は $20 \times 20\text{mm}$ である。図11に測定結果を示す。図から膜厚の絶対値が得られ、圧延距離にほぼ比例して膜厚が増加していくことが理解できる。

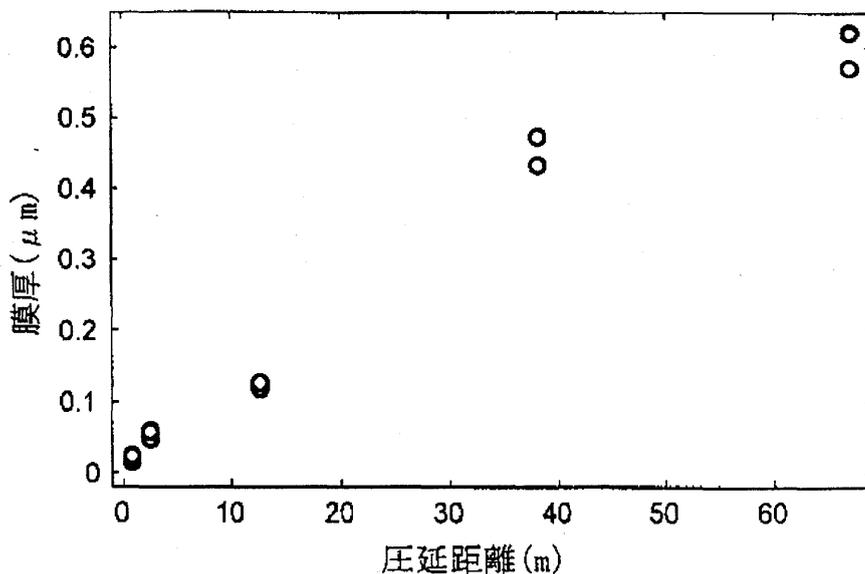


図10 原子吸光測定結果

4. 4 蛍光 X線

測定には日本電子 JSX-3200 を使い、ロジウム管球 30kV、0.16mA で X 線を発生させ、真空中で測定した。得られた測定強度は標準資料のもとと比較し、定量値を得た。測定領域は約 $\phi 20\text{mm}$ 、測定時間は約 5 分である。図 11 にこの測定で得られた膜厚を、図 10 の原子吸光の結果と比較した。白丸が原子吸光、黒い四角が蛍光 X 線から得た値を示す。厚みが増加するにつれ、原子吸光と蛍光 X 線の値の差が大きくなる傾向が見られるが、原子吸光の結果によって蛍光 X 線からの値を補正すれば、この分析手法はコーティングを非破壊で簡単に厚みを測定することができることがわかった。

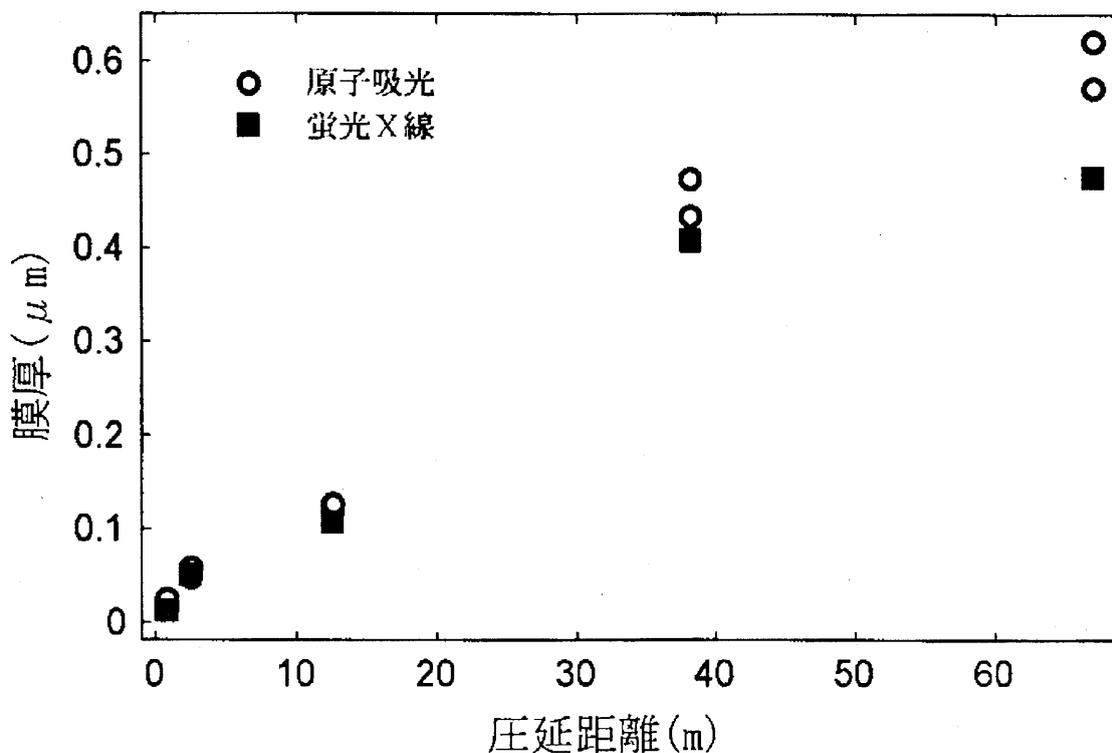


図 11 アルミニウムコーティング膜厚測定結果の比較

5. まとめ

4つの分析手法の特長を表6にまとめた。

表6 まとめ

	長所	短所
GDS	深さ方向で任意の元素の存在比率が判明。	相対的な量の情報しか得られない。
X線回析	構成物質の定性分析が可能。コーティングを傷めない。	測定限界が存在。1回の測定時間が長い。
原子吸光	膜厚の絶対値がわかる。	処理に手間がかかる。多元素の情報を得るには多量のサンプリングが必要。
蛍光X線	多元素の定量的な値が判明。コーティングを傷めない。	他の手法による検量を行う必要有り。

[Ⅱ] アルミニウムにおけるロール表面生成物の温度依存性

1. はじめに

アルミニウムの圧延においてもっとも特徴的な現象がロールコーティングの生成である。これは、被圧延材のアルミニウムがロール表面に凝着して一面に覆うものであるが、このロールコーティングの表面状態によって摩擦その他の圧延トライボロジー因子は大きな影響を受け、さらに製品の表面品質が大きく左右されるので、これまで様々な研究がなされてきた。しかし、未だに不可解な点が多く、凝着のメカニズムについてのさらなる研究が必要とされていた。そこで、これまで試験片の温度を変化させたときのロールコーティング生成の違いに関する研究がされていなかったことに着目し、試験片を任意の温度に加熱できる装置を用いてアルミニウムを加熱して圧延することにより、凝着に温度依存性があるか、またその依存性はどのような理由によるものなのかを明らかにして、温度の観点からそのメカニズムを探ることとした。

2. 実験方法

2. 1 圧延ロール

圧延ロールには、分析のため、軸から取り外しが可能なリングロールを使用した。

本実験では、上ロール、下ロールとも全実験を通して同じものを使用し、且つ最初にロールを研磨してからは一度も研磨せずに使用し、研磨は 150 番エメリーペーパーで研磨し、平均の表面粗さを Ra で $0.20\mu\text{m}$ とした。

なお、分析に供するロールは上ロールのみであり、実験ごとに着脱して分析した。研磨せずに複数の実験に供するため、上下ロールとも、次の実験の前に高濃度の水酸化ナトリウム水溶液を用いてアルミニウムを溶解し、実験開始の表面状態を統一した。

2. 2 試験片

試験片は、工業用純アルミニウム A1100 の加工硬化材コイルを使用する。表 7 にその性質を示す。

表 7 試験片の性質

材質	A1100	化学成分	Al : 99.00%以上 Cu : 0.05~0.20% Si+Fe : 1.0%以下 Mn : 0.05%以下 Zn : 0.10%以下
質別	H18		
形状	w20×t0.8mm のコイル	機械的性質	耐力 : 1504kgf/mm ² 引張強さ : 16.8kgf/mm ²
表面光沢	132 (Gs60°)	表面粗さ	Ra : 0.25μm

2. 3 アルミニウムコイルの昇温

圧延前のアルミニウムコイルを昇温させるため、入口部に赤外線瞬間加熱炉を設置した。その仕様を表 8 に示す。

表 8 赤外線瞬間加熱炉

赤外線瞬間加熱炉	
加熱方法	赤外線ランプ
電圧	200V
定格出力	30kW
ランプ本数	上下に 15 本づつ

実験は圧延速度 0.8m/minで行い、そのときの入口部でのアルミニウムコイルの温度と炉出力との関係を表9に示す。

表9 炉出力とアルミニウムの温度

炉出力	35	75	100	125	150
温度(℃)	60	110	160	210	260

2. 4 圧延試験方法

圧延方法の手順を以下に示す。

- ①試験片のコイルを材料巻き戻しドラムにセットする。
- ②ロールを圧延試験機のメインスタンドにセットし、上下ロールの平行度をあわせる。
- ③試験片を巻き取りドラムまで手動で動かし、巻き取りドラムに固定する。
- ④圧下量を確認しながら圧下調整ハンドルで圧下する。
- ⑤加熱炉冷却水を流す。
- ⑥巻き取りドラムを作動させ、張力を設定する。
- ⑦潤滑油ポンプのコックを開き、潤滑油の供給を開始する。
- ⑧圧延荷重、圧延トルクの記録チャートを作動させる。
- ⑨ACモーターを作動させて圧延を開始する。同時に加熱炉をONにし、目標の電流値に設定する。
- ⑩所定の時間圧延を続ける。
- ⑪時間が経過したら直ちにACモーターを停止し、加熱炉をOFFにする。潤滑油の供給を止め、巻き取り張力を解除し、記録チャートを止める。

- ⑫ 圧延された試験片の板厚を測定し、巻き取られた試験片をはずしてサンプリングする。加熱冷却水を止める。
- ⑬ ロール分析のために、上ロールのみをハウジングからはずす。

2. 5 ロール表面生成物の分析

圧延実験によりロールコーティングさせた圧延ロールは、蛍光 X 線分析装置によってコーティングの定量を行った。分析方法を以下に示す。

- ① ロールをよく脱脂する。
- ② 試料室カバーを開け、試料ホルダーをセットし、ロールをのせる。
- ③ 試料室カバーを閉じる。真空ポンプが作動するのを確認する。
- ④ コンピュータから、分析の開始操作をする。分析条件は、管電圧が 30kV、管電流は自動設定、測定時間はライブタイムで 120 秒とする。
- ⑤ 測定が終了したら、コンピュータ上で、薄膜 FP 法によりコーティング膜厚の定量分析を行う。結果から第一層 Al の値を読みとる。単位は mg/m^2 。
- ⑥ データを保存し、必要ならばプリントアウトする。
- ⑦ 試料室カバーを開け、ロールを回転させて測定位置を変えて分析を繰り返す。

2. 6 実験条件

圧延ロールへのアルミニウムの凝着を考える際に、もっとも厳しい条件と思われる無潤滑での実験を試みた。圧延速度を一定とし、先に設定した温度それぞれに 6 種類の圧延時間でアルミニウムを圧延し、アルミニウム凝着膜（ロールコーティング）の生成、成長過程の変化を比較している。実験条件を表 10 に示す。

表 10 実験条件

圧延速度	0.8m/min				
圧下率	45%				
潤滑油	なし				
加熱炉出力	35	75	100	125	150
試験片温度(℃)	60	110	160	210	260
圧延時間	各温度ごとに、 60、120、240、360、480、600秒の6種類				

3. 実験結果

3. 1 コイル温度 60℃

各時間圧延したときの、圧延荷重、ロールコーティング量、ロール表面粗さを表 11 に示す。

表 11 実験結果

	圧延荷重 (kgf)	圧延トルク (kgf・m)	ロール コーティング量 (mg/m ²)	ロール表面粗さ Ra (μm)
60s	4550	6.8	44.7	0.197
120s	4850	10.5	133	0.201
240s	4950	11.2	441	0.260
360s	5100	11.5	449	0.283
480s	5050	11.4	356	0.293
600s	5100	11.5	356	0.290

図 12 にロールコーティング量の経時変化と、表面粗さの経時変化を示したグラフを示す。

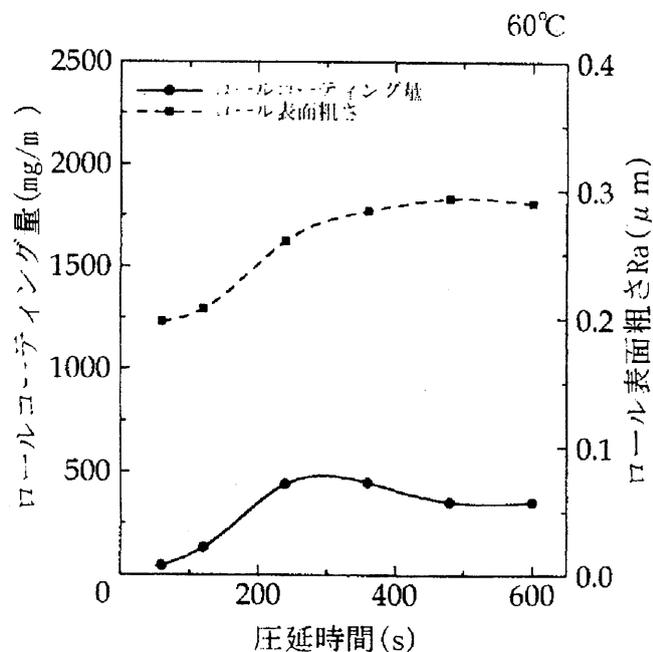


図 12 ロールコーティング量とロール表面粗さの経時変化

3. 2 コイル温度 110℃

各時間圧延したときの、圧延荷重、ロールコーティング量、ロール表面粗さを表 12 に示す。

表 12 実験結果

	圧延荷重 (kgf)	圧延トルク (kgf・m)	ロール コーティング量 (mg/m ²)	ロール表面粗さ Ra (μm)
60s	4550	7.6	31.3	0.200
120s	4500	8.2	82.0	0.207
240s	4650	10.6	187	0.237
360s	4600	8.8	409	0.243
480s	4750	9.0	900	0.300
600s	4700	9.0	714	0.397

図 13 にロールコーティング量の経時変化と、表面粗さの経時変化を示したグラフを示す。

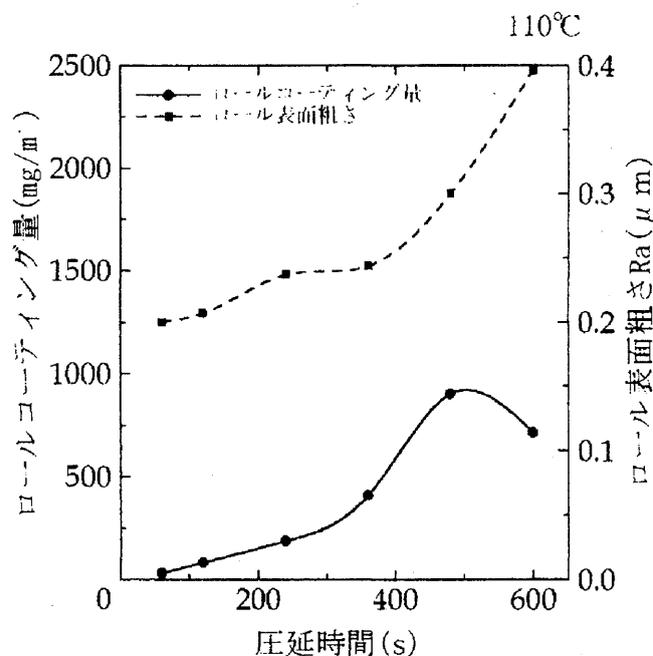


図 13 ロールコーティング量とロール表面粗さの経時変化

3. 3 コイル温度 160℃

各時間圧延したときの、圧延荷重、ロールコーティング量、ロール表面粗さを表 13 に示す。

表 13 実験結果

	圧延荷重 (kgf)	圧延トルク (kgf・m)	ロール コーティング量 (mg/m ²)	ロール表面粗さ Ra (μm)
60s	4550	9.0	41.3	0.203
120s	4550	8.6	114	0.213
240s	4500	8.8	206	0.227
360s	4650	9.8	570	0.230
480s	4500	7.0	1736	0.290
600s	4600	8.0	998	0.350

図 14 にロールコーティング量の経時変化と、表面粗さの経時変化を示したグラフを示す。

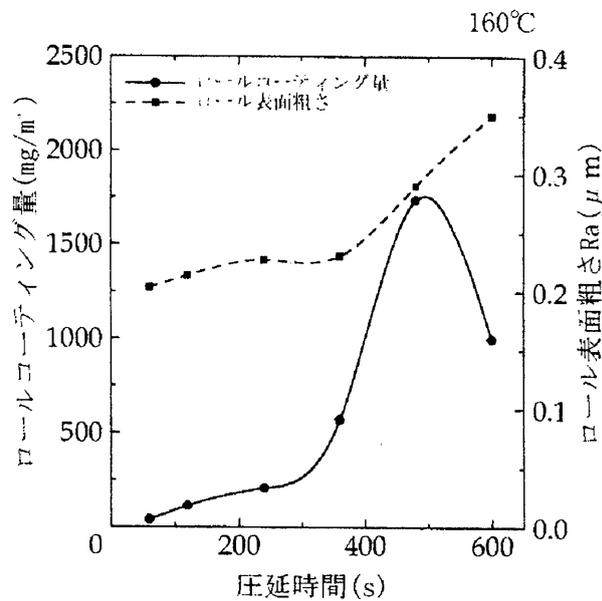


図 14 ロールコーティング量とロール表面粗さの経時変化

3. 4 コイル温度 210℃

各時間圧延したときの、圧延荷重、ロールコーティング量、ロール表面粗さを表 14 に示す。

表 14 実験結果

	圧延荷重 (kgf)	圧延トルク (kgf・m)	ロール コーティング量 (mg/m ²)	ロール表面粗さ Ra (μm)
60s	4400	7.2	42.3	0.210
120s	4500	8.2	209	0.200
240s	4450	9.0	190	0.207
360s	4300	6.2	684	0.223
480s	4350	6.8	2046	0.290
600s	4350	5.6	1534	0.367

図 15 にロールコーティング量の経時変化と、表面粗さの経時変化を示したグラフを示す。

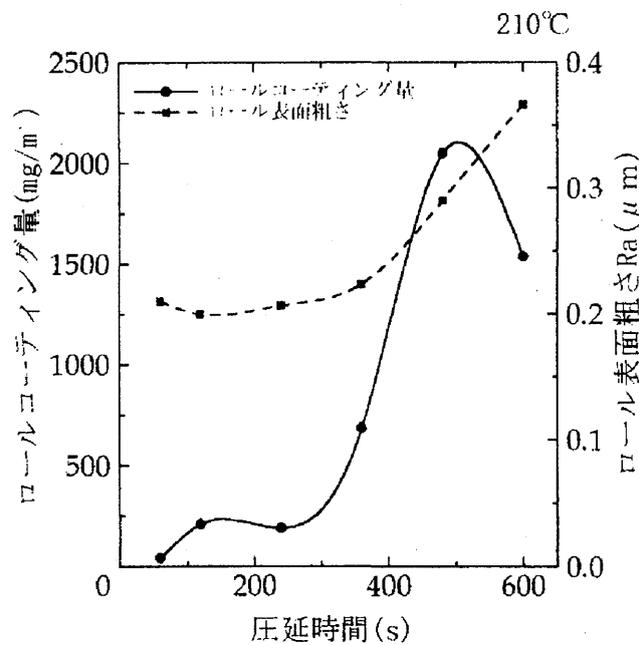


図 15 ロールコーティング量とロール表面粗さの経時変化

3. 5 コイル温度 260℃

各時間圧延したときの、圧延荷重、ロールコーティング量、ロール表面粗さを表 15 に示す。

なお、260℃の実験においては、500 秒を過ぎたあたりで、試験片がバルクごとロール表面に移着する現象が見られ、危険と見なして実験を中止した。そのため、480 秒圧延までの結果を示す。

表 15 実験結果

	圧延荷重 (kgf)	圧延トルク (kgf・m)	ロール コーティング量 (mg/m ²)	ロール表面粗さ Ra (μm)
60s	5000	8.6	74.7	0.203
120s	4500	6.8	177	0.200
240s	4300	6.4	168	0.207
360s	4200	8.2	214	0.227
480s	4050	6.6	223	0.230

図 16 にロールコーティング量の経時変化と、表面粗さの経時変化を示したグラフを示す。

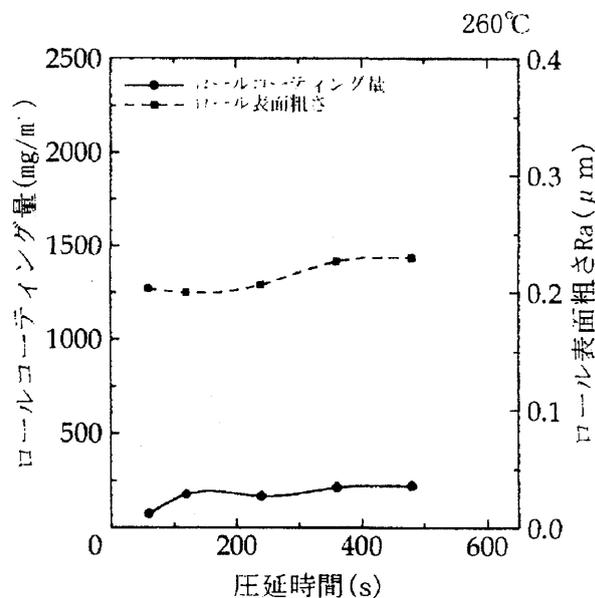


図 16 ロールコーティング量とロール表面粗さの経時変化

4. 考察

図 17 にロールコーティング量の変化挙動を示したグラフを、試験片温度で示す。

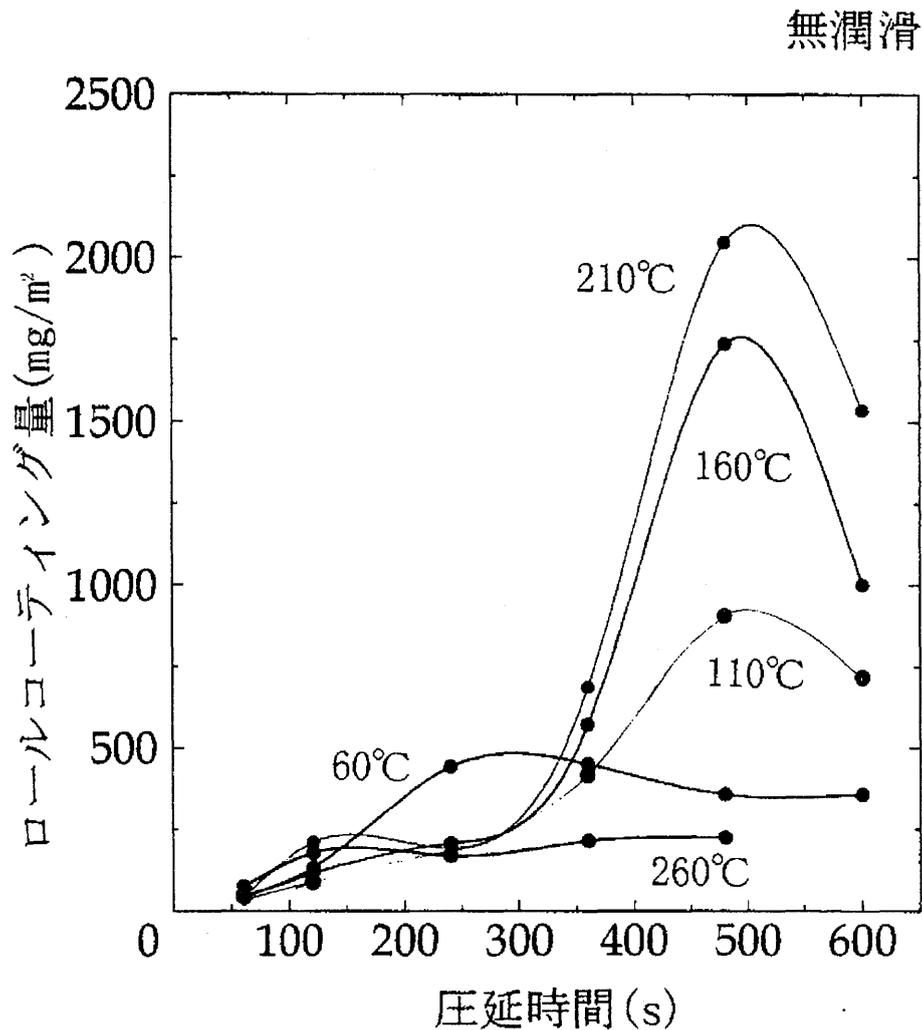


図 17 ロールコーティング量の経時変化

この図より、次のことがいえる。

- ① 260°Cを除き、温度上昇と共にロールコーティング量が増加した。
- ② 240秒程度まではほぼ同様の増加傾向だが、それ以降、急激に温度差の影響が現れた。

- ③ ほぼ、480 秒で極大となった。
- ④ 600 秒では、480 秒に比べて大きく減少した。
- ⑤ 260℃では、360 秒以降、増加せずに低いままで推移した。

5. おわりに

以上、ロールコーティングの温度による凝着の程度を決定する大きな因子は、アルミニウムの熱活性であり、さらに、再結晶の影響が顕著に現れるということが導かれた。ここからアルミニウムの凝着という現象が、非常に金属学的な、拡散過程に支配されることが理解できた。これを発展させれば、例えば、同じアルミニウム A1100 でも、調質の違い（焼きなまし材、加工度の違い）によって回復や再結晶の様子が異なり、凝着の温度依存性に変化が見られることも考えられる。そして、本実験のように、厳しい条件で、非常に低速で圧延すると、微視的な凝着と脱落の過程がロールコーティング量によって観察されることも理解できた。