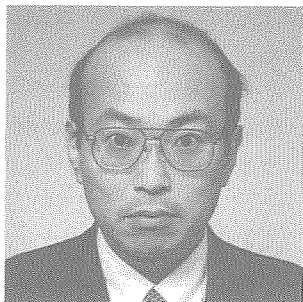
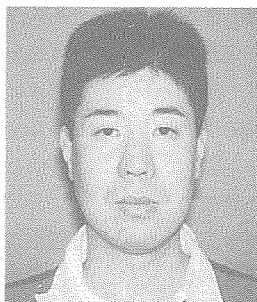


# 純チタンの冷間タンデム圧延におけるマイクロクラック防止技術

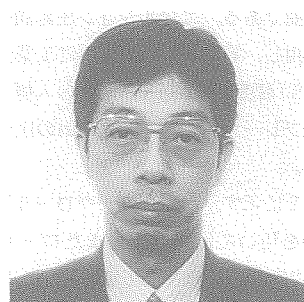
## Micro Crack Prevention Technology in Cold Tandem Rolling of Pure Titanium



白石 利 幸<sup>\*(1)</sup>  
Toshiyuki SHIRAI



原 口 祐 一<sup>\*(2)</sup>  
Yuuichi HARAGUCHI



市 本 武 彦<sup>\*(3)</sup>  
Takehiko ICHIMOTO

### 抄 録

新日本製鐵の純チタンの冷間圧延は、ゼンジマー圧延機を用いて行われている。ゼンジマー圧延機は優れた表面光沢製品を製造するには適しているものの生産性が劣るため、高い表面光沢が要求されない製品を冷間タンデム圧延機で効率的に製造したいとの要望がある。しかしながら、ゼンジマー圧延機で冷間圧延した場合は表面品質に関して全く問題ないが、冷間タンデム圧延機で冷間圧延するとマイクロクラックと呼ばれる表面欠陥が発生する。純チタンの高生産性冷間タンデム圧延技術を確立するために、冷間タンデム圧延時に発生するマイクロクラックに関して、その発生メカニズム及び防止方法について圧延潤滑油の開発も含めて検討した。

### Abstract

Cold-rolled Strip Coils of pure titanium are manufactured with Sendzimir mill. Though Sendzimir mill is suitable for manufacturing the cold-rolled strip coils with excellent surface, productivity is not high. Then, there is a demand that it wants to manufacture the cold-rolled strip coils not being demanded for excellent surface by cold tandem rolling mill. However, the surface defect which is called micro-crack occurs if the strip without the problem by Sendzimir mill is rolled out by cold tandem mill. In this report, the generation mechanism and the prevention method of micro-crack in the cold tandem rolling were examined to establish the high productivity cold tandem rolling technology of pure titanium.

### 1. 緒 言

新日本製鐵における純チタンの冷間圧延は、ステンレス鋼板が冷間圧延されている小径ワークロールのゼンジマー圧延機を用いて行われている。ゼンジマー圧延機は優れた表面光沢製品を製造するには適しているものの、生産性が劣るため高い表面光沢が要求されない製品を大径ワークロールの冷間タンデム圧延機を用いて効率的に製造したいとの要望がある。

しかしながら、ゼンジマー圧延機で冷間圧延した場合は表面品質に関して全く問題がない素材を冷間タンデム圧延機で圧延すると、幅方向に長さ0.1~0.2mm程度、深さ10~20 $\mu$ m程度の連続的なクラック(以降、マイクロクラックと記す)が発生するという問題が生じる。このマイクロクラックはコイル表面にランダムに発生し、2次加

工での表面欠陥を誘発することから、冷間タンデム圧延におけるマイクロクラック防止技術の開発が急務であった。

本報は、純チタンの高生産性冷間タンデム圧延技術を確立するために、冷間タンデム圧延時に発生するマイクロクラックに関して、その発生メカニズム及び防止方法について圧延潤滑油の開発も含めて検討したものである。なお、圧延潤滑油に関しては、花王株式会社と共同で普通鋼の冷間タンデム圧延特性を阻害しないことを前提に開発を行った。

### 2. 実験方法及び実験条件

マイクロクラックが発生する条件を解明するために、大径ワークロールの高速2段ラボ圧延機を用いて、摩擦係数やパススケジュー

<sup>\*(1)</sup> 鉄鋼研究所 圧延研究部 主任研究員 工博  
千葉県富津市新富20-1 ☎293-8511 ☎(0439)80-3081

<sup>\*(2)</sup> 広畑製鐵所 錫メッキ工場 マネジャー  
(現 サイアム・ユナイテッドスチール)

<sup>\*(3)</sup> 花王株式会社 化学品研究所 第3研究室 主任研究員

ルを変えた多パス切板圧延実験を行った。摩擦係数を変える手段としては圧延潤滑油の種類とロールコーティングの有無を用いた。

実験に用いた圧延潤滑油の種類とその特性を表1に示す。なお、表1中のA油は新日本製鐵広畑製鐵所のパッチ式冷間タンデム圧延機で用いられている圧延潤滑油であり、その他の圧延潤滑油は純チタンと普通鋼の冷間圧延とが兼用できるように、事前に普通鋼の圧延安定性、洗浄性、防錆性及び乳化安定性を調査して問題の無いことが確認された潤滑油である。エマルジョン圧延潤滑はダイレクト式圧延潤滑方式を採用し、容積30 lのタンクに工業用水と圧延潤滑油を混合して濃度5%(温度55℃)で、圧延機の入側でロールバイト入口に上下2本のスプレーから合計約2 l/minの圧延潤滑油を供給する方法を採用した。

切板圧延条件を表2に示す。なお、ワークロールは圧延実験前に毎回#600の研磨紙を用いて研磨した。またロールコーティングは、水潤滑で圧下率20~30%の切板圧延を行い、ロール粗度の変化が飽和するまで切板圧延を繰り返すことによって処理した。パススケジュールは強圧下パターンと軽圧下パターンとの2水準を採用した。

マイクロクラック発生の有無は圧延後の材料の引張試験と板表面観察によって判断された。なお、先進率はワークロールに一定間隔( $l_1$ )でけがき線を記入し、圧延後の板に転写されたけがき線の間隔( $l_2$ )の測定及び演算( $l_1/l_2 - 1$ )することによって求めた。

### 3. 実験結果及び考察

圧延条件とマイクロクラックの発生状況を表3に示す。マイクロクラックは圧延潤滑油の粘度が小さいほど、1パス当たりの圧下率が大きいほど、ロールコーティングが生じているほど発生しやすいこ

表1 実験に使用した圧延潤滑油

|                              | A油    | B油    | C油    | D油    |
|------------------------------|-------|-------|-------|-------|
| 牛脂/エステル(%)                   | 93/1  | 34/60 | 0/93  | 51/37 |
| 油性向上剤(%)                     | 4     | 4     | 2     | 4     |
| 極圧添加剤(%)                     | 0     | 0     | 2     | 6     |
| 粘度(cSt, 50℃)                 | 25.2  | 38.2  | 57.0  | 68.6  |
| 酸価(KOHmg·g <sup>-1</sup> )   | 9.0   | 10.0  | 10.5  | 9.2   |
| けん化価(KOHmg·g <sup>-1</sup> ) | 195.0 | 181.0 | 219.0 | 191.0 |
| 平均粒径(μm)                     | 9.7   | 13.7  | 8.3   | 36.0  |

表2 切板圧延条件

| 項目       | 内容  |          |          |
|----------|---|----------|----------|
| 試料       | 純チタン：酸洗・ショットブラスト処理材<br>寸法：3mm <sup>l</sup> ×50mm <sup>w</sup> ×500mm <sup>l</sup> |          |          |
| ロール径     | 400mm   |          |          |
| ロール粗度    | 0.09~0.10 μmRa(研磨後)<br>0.23~0.27 μmRa(ロールコーティング後)                                 |          |          |
| 圧延速度     | 250m·min <sup>-1</sup>  |          |          |
| 圧下スケジュール | パス回数  | 強圧下パターン  | 軽圧下パターン  |
|          | 1パス目  | 25%(25%) | 15%(15%) |
|          | 2パス目  | 23%(42%) | 15%(28%) |
|          | 3パス目  | 24%(56%) | 15%(39%) |
|          | 4パス目  | 20%(65%) | 15%(48%) |
|          | 5パス目  | 6%(67%)  | 15%(56%) |
|          | 6パス目  | -        | 15%(62%) |
|          | 7パス目  | -        | 15%(68%) |

注) ( )内は冷延率を示す

とが確認された。

マイクロクラックの代表写真を写真1に示す。A油では2パス後の板表面にマイクロクラックが発生し、3パス後にはそれが成長しているのが確認されるのに対し、D油では圧延後の板表面に多数のオイルピットが確認されるものの3パス後でもマイクロクラックは発生していない。また、マイクロクラックが確認されなかったA油の1パス後材料の引張試験で同様のクラックが発生することが確認されたことから、マイクロクラックの発生要因は1パス目の圧延時に形成されたものと推測された。

図1にマイクロクラックに及ぼす1パス目の圧下率と摩擦係数の関係を示す。なお、摩擦係数は圧延荷重と先進率の実験値と計算値<sup>1)</sup>とが等しくなるように演算することによって求めた。

この実験では、1パス目の圧下率がほぼ同じ場合、摩擦係数がある程度以上高くなると後パスでマイクロクラックが発生する。しかし、図1から明らかなように、摩擦係数の絶対値だけでは、マイクロクラックの発生を予測することはできない。

以上のことから、圧下率や摩擦係数等を考慮したパラメータをマイクロクラック発生の予測に用いる必要がある。そこで、マイクロ

表3 圧延条件とマイクロクラックの発生状況

| 潤滑油 | 圧下パターン | ロールコーティング | マイクロクラック発生状況 |
|-----|--------|-----------|--------------|
| A油  | 強圧下    | 無し        | 2パス目で発生      |
| A油  | 軽圧下    | 無し        | 発生せず         |
| A油  | 強圧下    | 有り        | 3パス目で発生      |
| A油  | 軽圧下    | 有り        | 4パス目で発生      |
| B油  | 強圧下    | 無し        | 3パス目で発生      |
| C油  | 強圧下    | 無し        | 3パス目で発生      |
| C油  | 軽圧下    | 無し        | 発生せず         |
| D油  | 強圧下    | 無し        | 発生せず         |
| D油  | 強圧下    | 有り        | 3パス目で発生      |
| D油  | 軽圧下    | 有り        | 発生せず         |

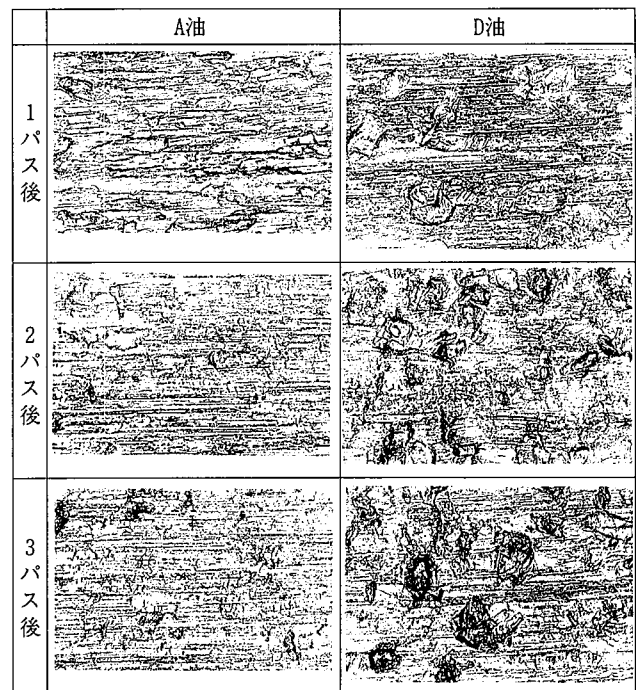


写真1 マイクロクラックの発生状況  
(強圧下パターン、ロールコーティング無し)

0.1mm

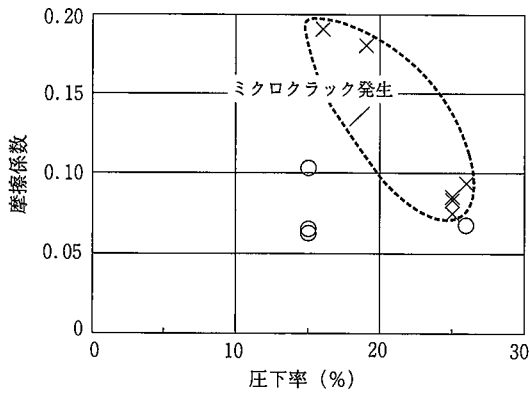


図1 ミクロクラックに及ぼす圧下率と摩擦係数の関係

ラックの発生は表層の加工硬化の影響が大きく、また、表層の加工硬化と圧延時の界面での発熱との影響は相関が大きいものと仮定して、界面温度計算<sup>2)</sup>を試みた。圧延による界面上昇温度(T)は摩擦及び加工発熱により増加する界面上昇温度の和で求められ、式(1)で表される。

$$\begin{aligned}
 T &= T_{f \max} + T_{d \max} \\
 T_{f \max} &= q_{fm} \frac{\sqrt{\alpha_p}}{\lambda_p} \frac{\beta \sqrt{L/V_r}}{1 + \beta \tanh(\eta)} \\
 T_{d \max} &= \frac{2 \cdot K_m}{\rho_p \cdot C_p} \ln \left( \frac{1}{1-r} \right) \frac{\beta}{\beta + \coth(\eta)} \quad \dots(1) \\
 q_{fm} &= \mu p_m \Delta V \\
 \beta &= (\lambda_p / \lambda_r) / \sqrt{\alpha_r / \alpha_p} \\
 \eta &= h_m \sqrt{V_r} / 2 \sqrt{\alpha_p L}
 \end{aligned}$$

$T_{f \max}, T_{d \max}$ : 摩擦・加工発熱による界面上昇温度  
 $K_m$ : 変形抵抗,  $\rho_p$ : 板の密度,  $C_p$ : 板の比熱,  $r$ : 圧下率,  
 $\lambda_p, \lambda_r$ : 板・ロールの熱伝導率,  $V_r$ : ロール速度,  
 $\alpha_p, \alpha_r$ : 板・ロールの熱拡散率,  $\Delta V$ : 平均相対滑り速度,  
 $L$ : 接触弧長,  $h_m$ : ロールバイト内の平均板厚,  
 $q_{fm}$ : 平均摩擦,  $\mu$ : 摩擦係数,  $p_m$ : 平均圧延圧力

図2にマイクロクラックに及ぼす1パス目の圧下率と界面上昇温度の関係を示す。この計算において、1パス目の界面上昇温度が約230℃以上のもは後パスでマイクロクラックが発生しているのに対し、1パス目の界面上昇温度が約230℃未満のもは後パスでもマイクロクラックは発生していない。従って、マイクロクラックが発生する界面上昇温度の限界値は230℃であることが判明した。

上述した界面上昇温度の限界値の普遍性を確認するために、これ

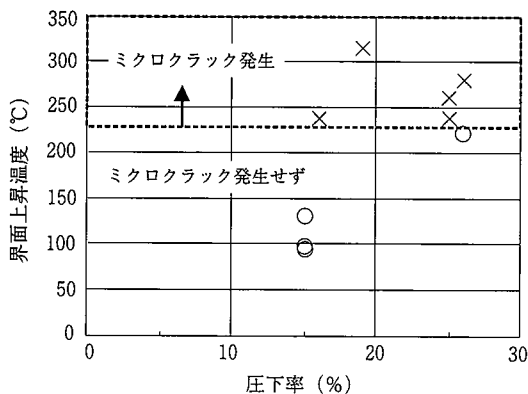


図2 ミクロクラックに及ぼす圧下率と界面上昇温度の関係

表4 ミクロクラックが発生しなかった実験結果(A油)

| スタンド  | 板厚 (mm) | 速度 (m/min) | ロール (mm) | 荷重 (tf/mm) | 摩擦係数  | 界面温度 (°C) |
|-------|---------|------------|----------|------------|-------|-----------|
|       | 2.4     |            |          |            |       |           |
| #1std | 2.2     | 69         | 440.2    | 0.96       | 0.052 | 34.6      |
| #2std | 2.0     | 78         | 508.0    | 1.28       | 0.298 | 86.4      |
| #3std | 1.8     | 88         | 541.3    | 1.29       | 0.208 | 106.6     |
| #4std | 1.6     | 96         | 578.1    | 0.90       | 0.176 | 68.0      |
| #5std | 1.5     | 103        | 439.4    | 0.767      | 0.182 | 56.2      |

表5 ミクロクラックが発生した実験結果(A油)

| スタンド  | 板厚 (mm) | 速度 (m/min) | ロール (mm) | 荷重 (tf/mm) | 摩擦係数  | 界面温度 (°C) |
|-------|---------|------------|----------|------------|-------|-----------|
|       | 3.0     |            |          |            |       |           |
| #1std | 2.5     | 47         | 405.7    | 1.70       | 0.134 | 120.1     |
| #2std | 2.0     | 61         | 495.7    | 1.46       | 0.300 | 239.2     |
| #3std | 1.7     | 76         | 522.7    | 1.46       | 0.164 | 225.7     |
| #4std | 1.5     | 85         | 579.9    | 1.10       | 0.162 | 111.0     |
| #5std | 1.4     | 96         | 428.4    | 1.53       | 0.179 | 56.6      |

までの純チタン冷間タンデム圧延実験においてマイクロクラックが発生した圧延条件とそうでない圧延条件における各スタンドでの界面上昇温度を計算した。計算結果を表4及び表5に示す。ラボ実験結果と同様に各スタンドの界面上昇温度が約230℃以上のもはマイクロクラックが発生しているのに対し、230℃未満のもはマイクロクラックは発生していない。従って、マイクロクラックが発生する界面上昇温度の限界値は圧延条件に関係なく230℃であることが判明した。

以上のことから、各パスの界面上昇温度が上述した限界温度未満になるようにパススケジュールを設定することによってマイクロクラックは防止可能であると推測される。

#### 4. ミクロクラックの発生メカニズム

写真1に示した1パス後の材料を傾斜研磨し、マイクロピッカース測定装置(荷重10g)を用いて表層からの断面硬度分布を測定した。その結果を図3に示す。なお、図中には素材の断面硬度分布も合わせて示す。素材断面硬度は表層から10μm程度まで増大し、それ以上ではほぼ一定である。マイクロクラックが発生した材料の断面硬度は、マイクロクラックが発生しなかったものと比較して、表層から25μm程度まで明らかに硬度分布が上昇している。表層から30μm以上では双方の断面硬度は一定で同等である。また、既に述べたように後パスでマイクロクラックが発生する材料を数%引張ると同様の

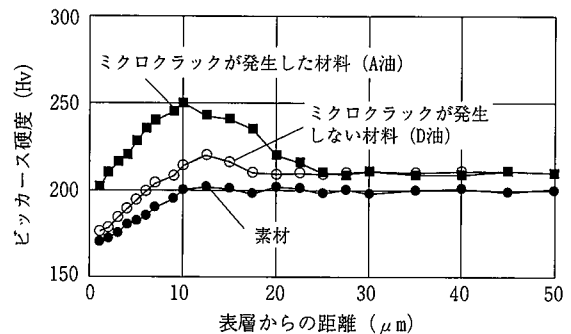


図3 材料の硬度分布 (1パス後、強圧下パターン、ロールコーティング無し)

クラックが生じることから、この硬化層は脆化していることが確認された。

EPMAを用いてC以上の原子量を持つ元素についての断面線分析を行ったがマイクロクラックが発生する材料での化学的有意差は認められなかった。このため、脆化の原因については特定できなかったものの、マイクロクラックの発生メカニズムは次の通りであると考えられる。

第一段階としてあるスタンドで界面の上昇温度が限界値を超えることによって、脆化した硬化層がロールバイト内で不均一に形成され、第二段階としてスタンド間張力による引張りや後スタンドの圧延によって表層硬化層の延性不足によりマイクロクラックが発生する。この現象は、素材をコイルグライnder加工した際の加工発熱による表面脆化と良く似ている。

5. 大径ワークロールによる実験検証

これまでの知見からマイクロクラックを防止するには各スタンドの界面上昇温度を考慮したパススケジュールを設定すれば良いことが明らかになった。界面上昇温度を抑えるには摩擦係数を低減することが有効である。しかしながら、現状の圧延潤滑油(A油)では純チタンの圧延潤滑性が劣るために、新たに開発した耐熱性エステルを使用した圧延潤滑油(D油)を用いて冷間タンデム圧延実験検証を行った。

表6 実験条件

|     |  |
|-----|--|
| 圧延機 | 5スタンド冷間タンデム圧延機(パッチミル)                            |
| 冷延率 | 1パス目: 50%(2.0mm→1.0mm)<br>2パス目: 50%(1.0mm→0.5mm) |
| 速度  | 29~161m・min <sup>-1</sup>                        |
| 材料  | 純チタン(板幅: 1 000mm)                                |
| 潤滑油 | D油(濃度: 4.6%, 温度: 60℃)                            |

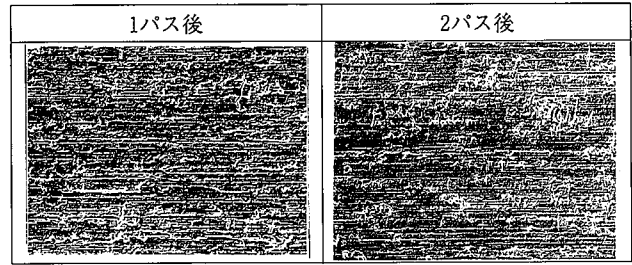


写真2 圧延後の板表面性状

実験には広畑製鐵所の5スタンド冷間タンデム圧延機(パッチミル)を用い、素材板厚2mmの純チタンを2回冷延で板厚0.5mmまで圧延した。実験条件を表6に示す。

図4に本実験での各スタンドの摩擦係数と界面上昇温度を、写真2に1回及び2回目の圧延後の板表面写真を示す。高粘度圧延潤滑油(D油)を用いることによって、摩擦係数を下げることが成功し、マイクロクラックを防止することができた。

なお、本実験でのプレートアウト量は約350mg・m<sup>-2</sup>であり、この値は従来油(A油)の約3倍である。また、ロールコーティングによる圧延後のワークロールの表面粗度の増大は認められず、ロールコーティングも防止できることが確認された。更に、この圧延潤滑油を用いた場合の圧延消費動力は、従来油(A油)の場合と比較して約10%~20%減少することが確認された。

本実験での界面上昇温度は最大でも130℃程度であり、マイクロクラックが発生する限界温度よりも低いことが検証された。但し、写真2より明らかなように、圧延後の板表面に不規則な凹凸(深さ3~4μm)が観察された。2次加工性に及ぼすこの凹凸の影響を明らかにするために、密着曲げ試験とU曲げ試験を行った結果、加工部の異常及び表面の凹凸からのクラックの新たな発生、進展はないことが確認され、表面品質としては問題がないことが明らかになった。

6. 結 言

純チタンの高生産性冷間タンデム圧延技術を確立するために、冷間タンデム圧延時に発生するマイクロクラックについて、その発生メカニズム及び防止方法について検討した結果、以下のことが明らかになった。

- 1) マイクロクラックの発生と界面上昇温度の間には強い相関があり、界面上昇温度が約230℃以上になる圧延を行うと、後パスでマイクロクラックが発生する。
- 2) マイクロクラックの発生メカニズムは、第一段階としてあるスタンドで界面の上昇温度が限界値を超えることによって、脆化した硬化層がロールバイト内で不均一に形成され、第二段階としてスタンド間張力による引張りや後スタンドの圧延によって表層硬化層の延性不足によりマイクロクラックが発生するものと考えられる。
- 3) マイクロクラックの防止には摩擦係数の低減が有効であり、新たに開発した耐熱性エステルを使用した圧延潤滑油を用いて冷間タンデム圧延実験検証を行った結果、素材板厚2mmの純チタンを2回冷延で板厚0.5mmまでマイクロクラックが発生することなく圧延することができた。

参考文献

1) 松本絃美, 上堀雄司: 塑性と加工, 29 (331), 125(1988)  
2) 小野之夫, 武山幹根, 水野高爾: 塑性と加工, 30 (342), 1004(1989)

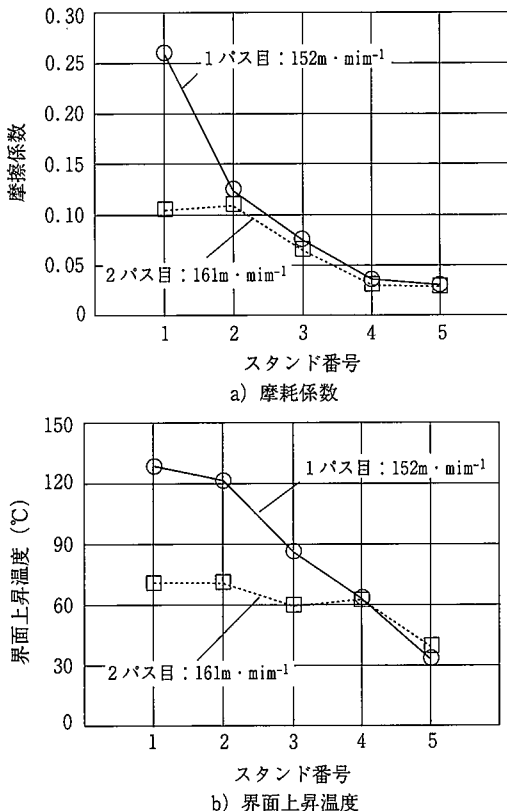


図4 冷間タンデム圧延実験結果