

アルミニウム熱間圧延用エマルジョンの熱挙動の検討

Study on the Thermal Behavior of Aluminum Hot Rolling Emulsion

今泉 榮*

Sakae Imaizumi

山内 彰*2

Akira Yamauchi

概要 アルミニウムの熱間圧延油にはロールの冷却と潤滑を兼ねてO/Wエマルジョンが使用されているが、圧延油の潤滑性を向上させるには油分濃度の増加やエマルジョンのルーズ化等が必要である。しかし、より低濃度でタイトなエマルジョンでも潤滑性に優れる油種があり、このメカニズムを解明しようと試みた。これには熱分離性が大きく関係していると考え、顕微鏡下でエマルジョンを加熱しながら観察し、熱分離挙動を捉えた。更に、熱分離挙動の定量化のためにスプレー冷却装置を考案し、冷却開始温度（CBT: Cooling Beginning Temperature）と圧延実験における表面品質の関係を確認した。

1. はじめに

一般的に、O/Wエマルジョンであるアルミニウム熱間圧延油の潤滑性を向上させるためには、同じ圧延油組成ではエマルジョン粒径を大きく（ルーズに）するか、油分濃度をあげることが必要である。しかしルーズにするとエマルジョン安定性が悪くなり、圧延油の使用量が増加してしまう。使用量を抑えるためにエマルジョン粒径を小さく（タイトに）すると、油性剤を増やしても潤滑性や板表面品質に問題が発生するため油分濃度をあげる必要があるが、限界がある。しかし油種によっては、よりタイトで油分濃度が低いにもかかわらず、潤滑性や板表面品質に優れているという結果が実験圧延機で得られ、実機でも同様な結果が得られた。エマルジョンによる潤滑はロール表面に油分がプレートアウト（油と水が分離する現象）し、これがロールと圧延板の接触弧内に導入されて行われる。タイトで潤滑性が優れるためには、物理的なプレートアウトではなく熱分離によるプレートアウト（Thermal Separation）が大きく関係しているのではないかと考え、エマルジョンを顕微鏡下で昇温しながら直接観察し、熱分離現象を捉えることに成功した。更に、熱分離挙動の定量化のためにスプレー冷却装置を考案し、顕微鏡下の熱分離挙動とCBTに相関があることを把握した。この装置による評価結果に基づき、実験圧延機によって圧延実験を行ない、CBTと潤滑性、表面品質に相関があることを確認した。したがって、この装置はアルミニウム熱間圧延油のスクリーニングや評価に有効な手段と考えており、以下に報告する。

2. 検討の背景

アルミニウムの熱間圧延ラインには粗圧延機と仕上げ圧延機があり、いずれの圧延機でも数%程度の濃度のエマルジョンが使用されるのが一般的である。当社福井事業所では1997年に仕上げ圧延機を3スタンドから4スタンドへ拡張したが、これに伴って使用されている圧延油の変更も行った。圧延油の変更にあたっては、数年間にわたり候補油についての潤滑特性や基本性能を把握するとともに、実験圧延機（FTM）¹⁾を使用して圧延実験を行ない圧延板の表面品質（AQ: Anodizing Quality）を確認してきた。アルミニウムでは、熱間圧延で発生した表面欠陥は途中工程で消えることはほとんどなく、最終製品まで残ってしまうため、熱間圧延での板表面品質は非常に重要なものであり、圧延油の管理には多くの努力が払われている。前章で述べたように、実験圧延機で優れた潤滑性を示した潤滑油（以下H油）は、実機でも従来の圧延油に比較すると油分濃度は低くエマルジョン粒径が小さいにもかかわらず、潤滑性や板表面品質は従来の圧延油（M油）よりも優れているという結果

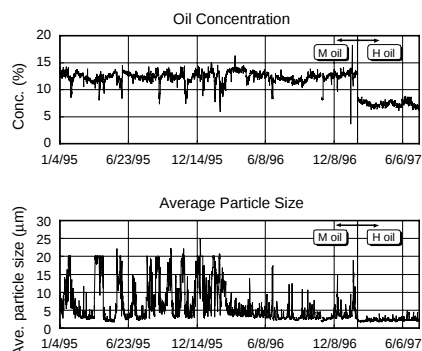


図1 圧延油の性状変化
Performance comparison between M oil and H oil

* メタル総合研究所

*2 メタル総合研究所 第2研究部

表 1 M 油及び H 油の特性 (良 A > B > C 悪)
Comparison of characteristics between M oil and H oil

		M oil	H oil
Concentration %		12 ~ 13	7 ~ 8
Emulsion stability		C	A
Bacteria resistance		C	A
Anodizing quaity	1XXX	A	A
	3XXX	B	A
	5XXX	C	A
Oil consumption		C	B
Emulsifier type		Anionic (Amine soap type)	Nonion anion

表 2 熱延板への圧延油付着量
Adhesion oil amount on the strip (on-site mill)

	Sample		Amount of oil (g/m ²)	Emulsion condition	
	Alloy	Rolling condition		Oil conc. (%)	PS (μm)
H oil	1N30	High temp.	3.64×10 ⁻⁶	7.4	1.82
	1100	Low temp.	2.75×10 ⁻⁶	8.3	1.91
	1N30	High temp.	2.21×10 ⁻⁶	8.3	1.98
M oil	1N30	High temp.	1.39×10 ⁻⁶	12.0	2.15

が得られた。実機での M 油と採用油 H 油の性状変化を図 1 に、また得られた表面品質等の差異について表 1 に示す。

この結果は、従来考えられていた潤滑性のメカニズムである物理的なプレートアウトという考えただけでは説明することができなかったため、この理由として熱分離性によるプレートアウトが大きく関与しているのではないかと考えた。

これを間接的に確認する手段として実機で圧延された圧延板に付着した圧延油量を測定したが、この結果を表 2 に示す。

付着油量の測定結果は、同一圧延条件でも濃度が低く、より粒径の小さい H 油で圧延した板のほうが M 油よりも付着油が多く、H 油では熱分離性が優れているだろうという予想が裏付けられたが、直接確認する手段はなかった。

熱分離に関しては以前より、120 に加熱したアルミニウム箔のトイにエマルションを流し、箔に付着した油の量を計る方法による検討¹⁾やアルミニウムの加熱板をエマルションに浸漬し、付着油量を測定する方法²⁾などが行われているが、これらの方法ではエマルション表面のフリーオイルなどの影響が大きく、今回の現象を説明するには不十分と思われた。このため昇温過程のエマルションの熱挙動を直接観察できないかを検討した結果、Hot Stage により顕微鏡下でエマルションを加熱することが可能であることがわかり、この装置により、種々のエマルションについて昇温時の挙動を観察した。この検討により圧延性の良かった採用油は、昇温過程の比較的低温時から油と水の分離を生じていることが確認され、M 油は 100 以下では油水分離し難いことが分かった。しかしながら Hot Stage では、熱分離挙動を定性的にしか捉えることができなかったため、定量化のための装置を考案した。この装置は実際の熱間圧延に近いように、加熱した熱電対にエマルションをスプレーで吹きかけ、冷却曲線からエマルションの熱分離挙動を把握しようとい

うものである。この冷却スプレー装置で検討した結果、Hot Stage での観察と CBT とは良い相関が得られ、この装置で評価した圧延油を、実験圧延機で潤滑性や板表面品質を評価し比較したところ、評価の傾向が一致した。したがって、今回検討した Hot Stage は、エマルションの熱挙動を直接観察することができ、更に冷却スプレー装置を併用することにより熱分離挙動の定量が可能なることから、アルミニウム熱間圧延油のスクリーニングや評価に有効な手段と考えている。

3. 実験及び討論

3.1 Hot Stage によるエマルションの直接観察

この装置は液晶等の熱挙動の観察に多く利用されており、透過顕微鏡とプレパラート部分に小型のオープンが設置された構造となっている。装置の概要を図 2 に示し、エマルションの調整方法を図 3 に示す。観察は、エマルションをマイクロシリンジにて 5 ~ 8 マイクロリッター採取し、プレパラート上に乗せ、カバーガラスをかけた後、オープンになっているサンプリグ台にセットする。昇温パターンはプログラムによって設定することが可能で、種々検討した結果、30 で 60 秒間保持 → 30 ~ 85 (10 /分 で昇温) → 85 で 300 秒保持 → 85 ~ 150 (1 /分) とした。透過顕微鏡の画像は、CCD カメラを通してビデオカメラで連続記録した。エマルションによっては、オープン温度が 100 を超えても沸騰することなく、観察を継続することが可能であったため、最終温度を 150 に設定した。

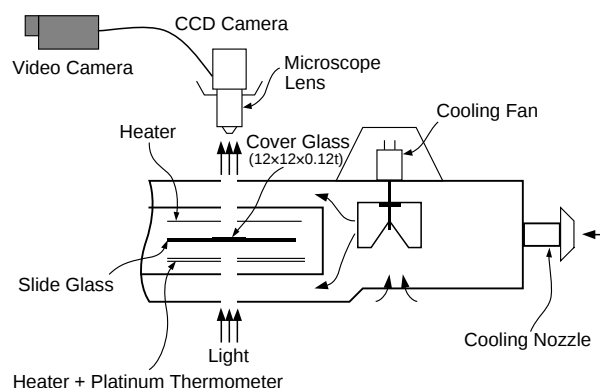


図 2 Hot Stage の概要
Schematic drawing of hot stage

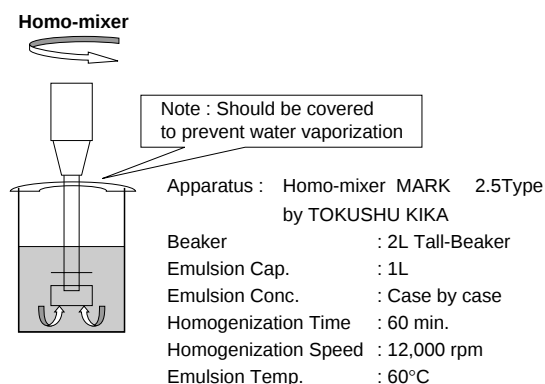


図 3 エマルションの調整方法
Preparation of test emulsion

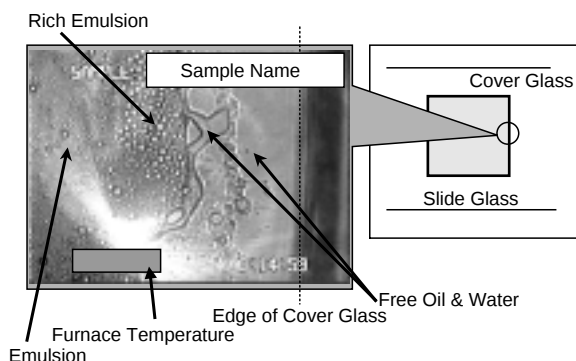


図4 顕微鏡写真(図5～図7)の説明
Emulsion behavior by hot stage -Explanation of photograph-

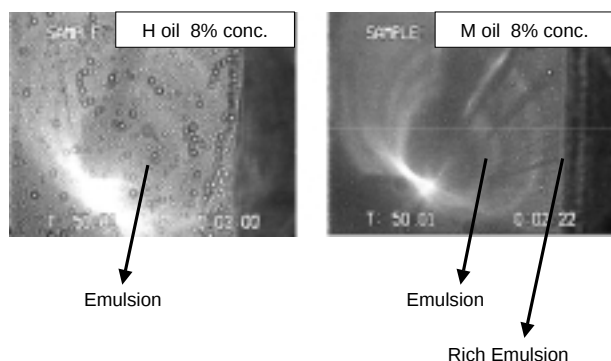


図5 エマルジョン顕微鏡写真(オープン温度 50)
Emulsion behavior by hot stage at 50

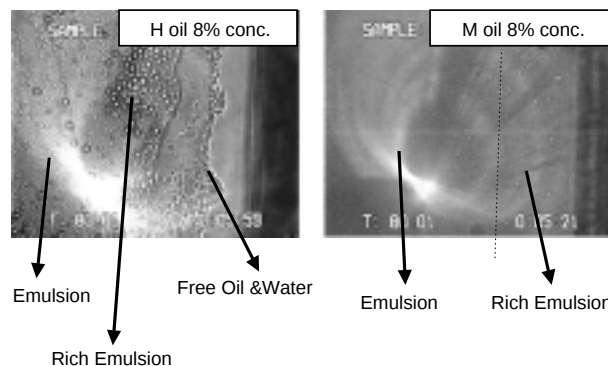


図6 エマルジョン顕微鏡写真(オープン温度 80)
Emulsion behavior by hot stage at 80

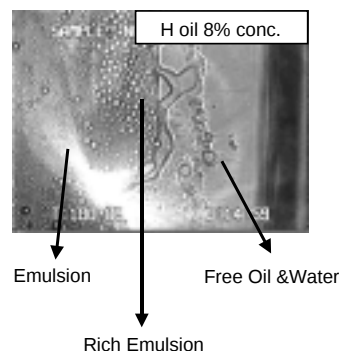


図7 エマルジョン顕微鏡写真(オープン温度 100)
Emulsion behavior by hot stage at 100

図4から図7にHot Stageで観察した8%濃度のH油及びM油を加熱していったときの50, 80, 100 の顕微鏡写真及びその説明を示す。なお写真の倍率は約1400倍である。

この実験はすべて新油で行っているため、M油のほうが粒径は小さいが、熱挙動は明らかに異なっていた。H油は図5に示すように比較的低温(50)から粒径の大きい油滴がカバーガラスエッジに集まりエッジ部では油滴同士の結合が始まり、油と水の分離が始まっている。更に温度が上がると(80)図6に示すように、油滴の結合は更に加速されカバーガラス内部に分離した油と水の層が広がっている。一方、M油で油滴がカバーガラスエッジに集まるのはH油と同じであるが、集まっても油滴同士が結合することはなく、リッチエマルジョンの層を形成するだけで、97 前後で沸騰してカバーガラスからエマルジョンがなくなって観察できなくなるまでの状態が続いた。したがって、図7のオープン温度100 ではM油の写真は観察できなかった。一方H油では、最終的にオープン温度が132 まで観察することが可能であった。これはH油では加熱によってエマルジョンが油と水に分離し、分離した水がカバーガラスエッジ部より蒸発し、この蒸発熱のためにカバーガラス自体の温度が沸点を超えないためと思われる。これはカバーガラス中央部のエマルジョンが100 を超えても100 以下と同じ状態を保っていることから裏付けられる。しかしH油の場合も、最終的には突沸を生じ、瞬間的にカバーガラス内のエマルジョンは蒸発してなくなり油分だけが残る。この突沸温度の差で熱分離挙動を定量化しようと試みたが、

カバーガラスの調整方法のばらつき等により、繰り返しの再現精度がなく、またH油のように100 前に沸騰して観察できなくなるエマルジョンは比較できないため、Hot Stage装置による定量化は断念した。

3.2 冷却装置による冷却開始温度の測定

以上のように、H油はM油に比較して熱分離性に優れていることが定性的に確認され、これが潤滑性に寄与していることが予想されたが、この熱分離挙動を定量的データとして得られないかについて検討した。またHot Stageの加熱方法は低温から徐々に温度を上げて実験を行っているが、実際の圧延ではエマルジョンを熱い金属にスプレーし、温度上昇は急速であるため、実際と同様なメカニズムでの評価法を考えた。これを実現するため、焼き入れ特性などを測定するIVFという装置を利用し、加熱した熱電対にミストスプレーでエマルジョンを吹きかけ冷却曲線を測定することとした。考案した冷却スプレー装置の概要と実験条件を図8に示す。

この装置により、種々のエマルジョンの冷却曲線を測定して油剤や濃度の違いを測定した。予備実験の結果、冷却を開始する温度は300 とした。図9にはM油とH油の冷却曲線の違いを示す。Airの冷却曲線はミストスプレーガンにエマルジョンを入れず、エアーのみで冷却したものであるが、エマルジョンをスプレーした場合も、冷却速度が大きくなるまではエアーと同じ冷却曲線を示し、この間は熱電対のまわりに発生する蒸気膜によってエマルジョンが直接熱電対に接触していないことを示している。またこの結果はHot Stageの熱分離のしやすさと

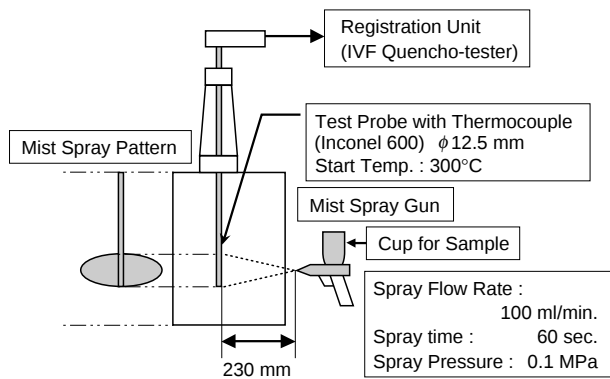


図8 冷却スプレー装置と実験条件
Schematic drawing of cooling tester

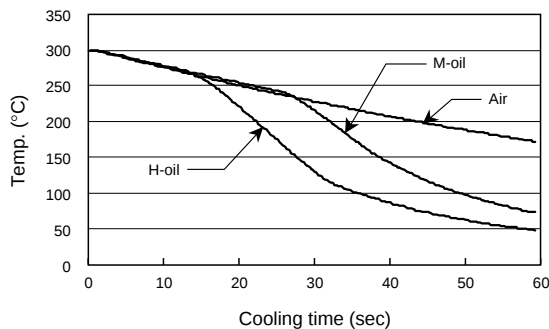


図9 H油とM油の冷却曲線
Comparison of cooling curves between M oil and H oil

関連があると思われたが、予想以上に高い温度で濡れ始めた。

また冷却速度が急激に速くなる点はエマルションが熱電対を濡らし始める温度で、この冷却を開始する温度を冷却開始温度（以降 CBT）と名づけたが、この濡れる状況は目視でも確認できた。CBTでエマルションが高温の熱電対を濡らすためには、油水分離し油分が付着する必要がある。つまり CBT では油水分離を生じて熱電対を濡らし始めており、これは熱分離そのものではないと思われる。つまり図9では、H油はM油に比較してより高温の CBT を示し、熱分離性がよいことを示している。図10、11にはH油及びM油の濃度別の冷却曲線を示す。これらの図から油分濃度が高くなるにつれ CBT は高くなり、これは油分濃度が高いエマルションのほうがより高温で濡れ始めることを示している。しかし、この結果は一般的にエマルションは低濃度のほうが冷却能に優れているという従来の考え方とは逆であったが、油分濃度を上げると潤滑性が上がる理由を裏付ける結果となった。図12にはH油とM油のエマルション濃度と CBT の関係を示す。この図からH油はいずれの濃度においてもM油の CBT より高く、H油の5%濃度での CBT はM油の10%濃度を超える程度に相当している。これは実機での潤滑性の評価と感覚的に一致するものであった。

つぎに冷却の開始温度が冷却曲線に影響を与えていないかについて確認した。図13には冷却の開始温度を400と300とした場合の冷却曲線を示す。この結果から、冷却を開始する温度は、CBTには影響を与えていないことが明らかとなった。

次にこの CBT に与える圧延油組成の影響について検討を行った。一般的には、エマルション粒径には界面活性剤の量が影

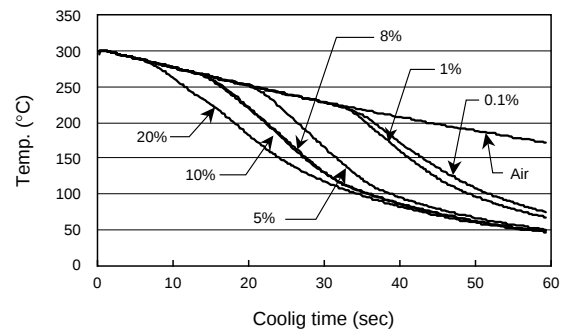


図10 H油の濃度別冷却曲線
Influence of H oil concentration on CBT

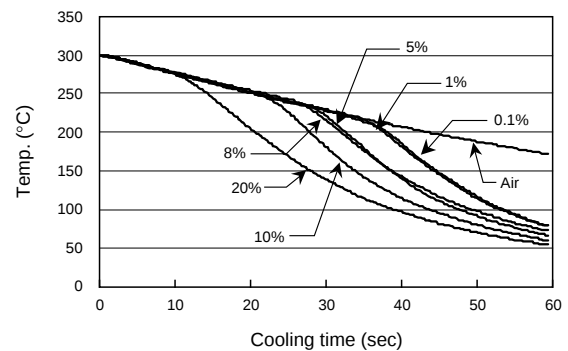


図11 M油の濃度別冷却曲線
Influence of M oil concentration on CBT

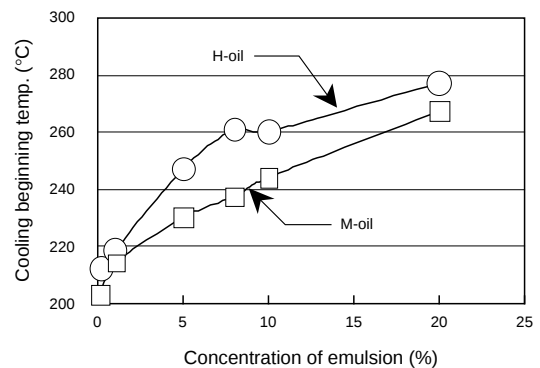


図12 エマルション濃度と CBT の関係
Comparison of CBT between M oil and H oil

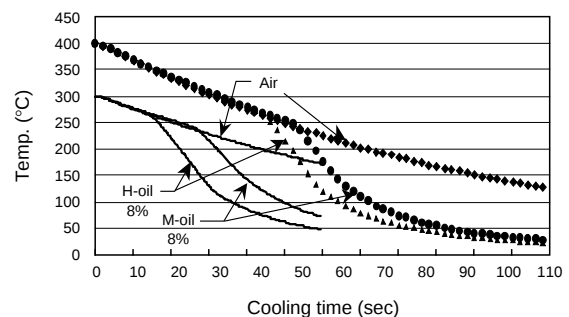


図13 冷却開始温度の違いによる CBT
Influence of start temperature of cooling test

響していると考えられ、したがって CBT も変化することが考えられた。このためH油について界面活性剤の量を変化させ

表3 H油の実験油組成
Test oil formulation of H oil

	Original	Test-1	Test-2	Test-3	Test-4	Test-5
Base Oil	○	○	○	○	○	3 kinds
Emulsifier A	○	3 levels	○	○		○
Emulsifier B	○	○	1 levels	○	2 levels	○
Emulsifier C	○	○	○	4 levels		○
Lubricants	○	○	○	○	○	○
Miscellaneous	○	○	○	○	○	○

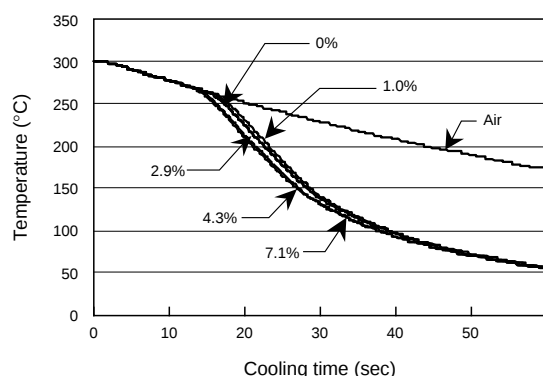


図14 冷却曲線の相違（界面活性剤Cの量）
Influence of nonionic emulsifier on CBT

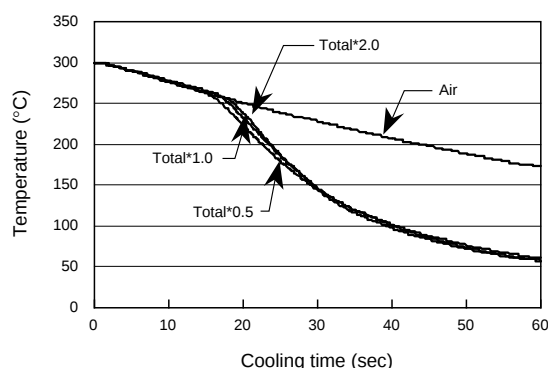


図15 冷却曲線の相違（トータル界面活性剤量）
Influence of total emulsifier content on CBT

た油を作成し、この量の変化によってCBTがどのように変化するかを実験した。H油には3種類の界面活性剤が使用されており、おのおの単独の添加量やトータルの添加量を変化させた。その他の組成は同量とした。また、界面活性剤や油性剤、その他についてはオリジナルと同量でベースオイル組成についてCBTに与える影響を調査した（表3）。この実験でのエマルジョン濃度はすべて8%とし、エマルジョンの調整方法は図3と同様に行った。結果的には界面活性剤の量を変化させても、今回のエマルジョン調整条件では、平均粒径が2.5～3.1 μm 、pHは7.7～7.9でエマルジョン性状にあまり変化は見られず、CBTにもほとんど差が見られなかった。

CBTの変化が少なかった代表として、図14には界面活性剤C（ノニオン系界面活性剤）を変化させた圧延油の冷却曲線を、図15にはトータルの界面活性剤を1/2、2倍に変化させた圧延油の冷却曲線を標準の1倍とともに示す。

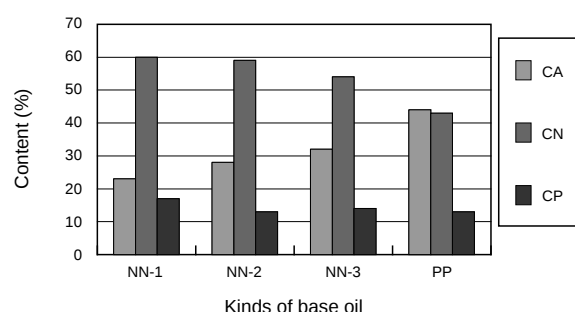


図16 ベースオイル組成（質量分析による）
Base oil composition by mass spectrophotograph

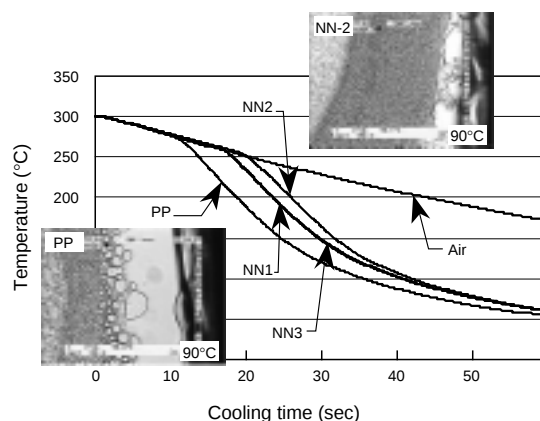


図17 冷却曲線の相違（ベースオイル組成）
Influence of base oil on CBT

圧延油中の界面活性剤の量を変化させてもあまり変化しなかったCBTは、圧延油組成の2/3程度を占めるベースオイル組成を変えることによって差が認められた。図16にはベースオイルの質量分析による成分の差を、図17にはベースオイル組成の違いによる圧延油の冷却曲線を示す。また図17には差の見られた2種類の油についてHot Stageの顕微鏡観察写真も合わせて示した。

図16に示すベースオイル組成はNN-1、NN-2、NN-3はナフテン系と言われているベースオイルでありPPはパラフィン系と呼ばれるベースオイルである。図中のCA、CN、CPはおのおのアロマ、ナフテン、パラフィン成分を示す。図から明らかにパラフィン系のPPを除き、ナフテン系ベースオイル間では組成的には大きな差は見られない。しかし図17で示すようにNN-2はNN-1、NN-3のCBT（255）に比較してより低温度のCBT（249）を示し、PPではより高温のCBT（269）を示している。このように界面活性剤を変化させた場合より明らかにCBTに大きな差が見られている。つまりCBTに与える影響が大きい要因は今回の実験範囲ではベースオイル組成ということができる。またHot Stageの顕微鏡写真より、NN-2に比較してPPのエマルジョンはより熱分離しやすいことがわかる。

3.3 FTMによるCBT影響の確認

ベースオイルの違いによりCBTに比較的大きな差がでたため、これら4種類のベースオイルの異なる圧延油について、FTMにより圧延性及び表面品質の確認実験を行った。

圧延は下記の条件で行い、スラブは1条件3本とした。

表4 圧延油性状
Test coolant performance

	NN-1	NN-2	NN-3	PP
Concentration (%)	7.8	8.0	8.0	8.2
pH	8.2	8.1	8.0	7.9
Particle size (μm)	2.3	2.1	2.2	2.1

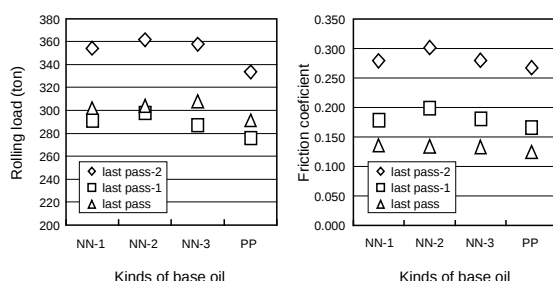


図18 油種による圧延荷重と摩擦係数(5XXX系)
Test result of rolling load and FCO (5XXX Alloy)

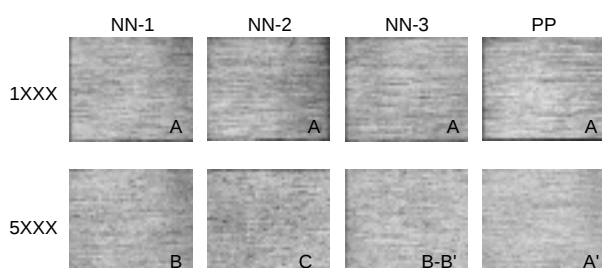


図19 油種による表面品質(アルマイト×50)
AQ results of test rolling

- ・スラブサイズ：30 t × 250 w × 2000 L mm
- ・パススケジュール：ギャップ設定
1XXX系 5パス(最大圧下率 65%)
5XXX系 7パス(最大圧下率 53%)
- ・圧延速度：全パス 50 mpm
- ・ロールブラシ：全パス使用
- ・圧延開始温度：430
- ・圧延終了温度：280 ~ 310
- ・油分濃度：8%
- ・圧延油温度：60

表4には各圧延油の圧延油性状を示すが、どの圧延油もほとんど同様な性状を示した。

図18には5XXX系を圧延したときの、油種ごとの圧延荷重と摩擦係数の平均値を示す。圧延荷重、荷重摩擦係数ともPPが低くNN-2が高くなっており、これはCBTの傾向と一致している。しかし1XXX系については大きな差は見られなかった。

図19には圧延後の板のアルマイト写真を示す。写真内の記号は表面品質グレードを示し、Aが最も良好でA-A', A', A'-B, ...のようにDまで13段階で評価した。Bまでは許容される表面品質である。

図19から明らかなように、荷重、摩擦係数と同様1XXX系では、いずれの油種も良好で差は見られなかったが、5XXX系ではPPが最も良好な表面品質を示し、NN-2が最も悪い結果とな

り、この結果はCBTの順位と一致した。

今回実験を行ったいずれの圧延油も、エマルション性状がほぼ同じであり、ベースオイルを除く他の油性剤や添加剤は同じであることから、油性としてはどの圧延油も同じであると思われる。それにもかかわらずPPの潤滑性が良好だった理由の一つは、よりCBTの高いエマルションは、ロールの周上で熱分離する時間が長いから、ロールと圧延板の接触弧内に導入される油量が多くなり、潤滑性が向上したためと考える。最近の熱間仕上げ圧延機では圧延速度が300 mpmを超えることもあり、この場合最終スタンドのロール1回転の時間は0.5秒にも満たなくなっていることや、圧下率も高くなって圧延直後のロール表面温度は圧延材に近くなっていると考えられ、いかに高温でロールを濡らし、潤滑に必要な油膜量を形成できるかが、潤滑性を向上させるひとつの要因となる。つまり潤滑性をあげるにはCBTをより高くすることが必要条件のひとつであると言える。これは実機において、CBTの高いH油はM油に比較してより高速圧延でも潤滑性に優れていることから裏付けられると考えている。

4. まとめ

O/Wのエマルションであるアルミニウム熱間圧延油の性状の中で熱分離性は潤滑性の重要なファクターであるが、今回新しい方法により熱挙動を評価し、圧延実験で関連性を確認した。

1. Hot Stageにより、アルミニウム熱間圧延油であるO/Wエマルションの熱挙動を直接観察し、油水分離の状況を捉えることができた。この方法は一般的なエマルション等の熱挙動の観察にも有効である。
2. スプレー冷却装置によって、エマルションの熱挙動をCBTで定量化し、アルミニウム熱間圧延油の潤滑性評価のひとつとしてCBTを提案した。CBTは予想以上に高い温度を示した。
3. CBTの評価結果をFTMで評価し、CBTと圧延潤滑性および表面品質に相関があることを確認した。

したがって冷却スプレー装置はアルミニウム熱間圧延油のスクリーニングや評価に有効な手段と考える。

また今後の課題として、

1. CBTに与えるベースオイル中の影響因子の検討
 2. 熱分離した油の再乳化性が潤滑性に与える影響の検討
 3. 使用油では新油に比較してCBTは高くなるが、この影響因子の検討
- などがあげられる。

謝辞

今回の実験にあたり、装置の提供や圧延油の製作に全面的に御協力頂いた日本ホートン(株)田中氏及び関係各位に感謝申し上げます。

参考文献

- 1) 古河電工時報 No.92, 114 (1993)
- 2) G.F. Frontini, R.D. Gumminski, Lub. Eng., 25, 60 (1969)
- 3) 松下・高塚・松井: 軽金属学会第17回シンポジウムテキスト, (1980) 43.