

特集記事・6

鉄鋼業を取り巻く独創的な発想に基づく
研究・技術開発

真空圧延技術による金属材料の新たな特性の創出

Creation of Superior Properties of Metal Materials by Vacuum Rolling

瀬川明夫

Akio Segawa

金沢工業大学

工学部 機械工学科

教授

1 緒言

圧延加工とは、「回転する一對のロール間に素材を通し、圧下力により展伸させ、長尺素形材（板、管、棒、線材など）を得る」塑性加工の一種である。圧延技術は日本の工業会を支えてきたと言っても過言ではない。大気中における熱間領域での圧延加工では、圧延素材（母材）表面に酸化物（酸化スケール）が生成され、母材とともに上下ロールの間（ロールバイト）に引き込まれることにより、同時に圧延される。一般的に酸化スケールは母材より硬度が高いため、圧下力によって母材表面に押し込まれ、表面疵となり、圧延製品の品質、歩留を悪化させる要因となる。

一方、圧延における雰囲気制御、特に真空雰囲気下では、加熱や変形中に大気やガスによる酸化の影響が少なく、また板表層部の脱ガス効果がある。さらには金属新生面の特性を効果的に活用できるため従来大気中で加工が難しいとされる活性な金属の加工に有効であり、大幅な品質改善や新製品誕生の可能性が期待できる¹⁾。真空雰囲気下での冷間および熱間圧延の研究については、主に旧ソビエト連邦で、圧延諸特性に対する真空の影響、真空圧延用ロール材料の選択、真空圧延によるバイメタルの製造などについての報告があり、その後中国、米国、日本で研究が進められた²⁾。

筆者は、酸化物抑制が圧延歩留の向上に有効であるとの観点から、雰囲気制御圧延の実施を目標に、1998年に高真空域の 10^{-5} Torrにまで到達することが可能な真空熱間圧延機を設置し、真空雰囲気下での圧延諸特性、高機能金属系積層複合材料（クラッド材）の試作を行ってきた。また、熱間圧延中に表面状態を悪化させる酸化スケールについても、動的な変形挙動解明に向けて、真空雰囲気を利用し、直接観察を可能としてきた。これらは、高い機能をもつ真空圧延機を使用して、鉄・非鉄金属を対象に、真空圧延における変形挙動や表面性状の変化の解明を行い、高圧下圧延法を確立して、製品の材

料特性向上を図る研究を行い、明日につながる革新的なプロセスのシーズを得ようとするものである。

本報では、これまで行った真空熱間圧延機の雰囲気制御圧延による成果の中で、真空雰囲気圧延に与える影響を概説し、クラッド材の試作を行った結果、低圧下率で高強度化および高品位が実現できた事例について紹介する。

2 真空圧延機

2.1 真空熱間圧延機の概要

図1に筆者の所有する真空熱間圧延機の外観を、表1に性能諸元を示す。

真空圧延機には一般に二つの形式があり、圧延機全体を真空室内に設置する「ロールスタンド封じ型」、ロールだけを真空容器内に設置し、ロール軸受、圧下装置やその他のユニットを大気中に配置した「ロール封じ型」である。本圧延機はロール封じ型で、駆動部（モーター）、真空ポンプ、加熱室、

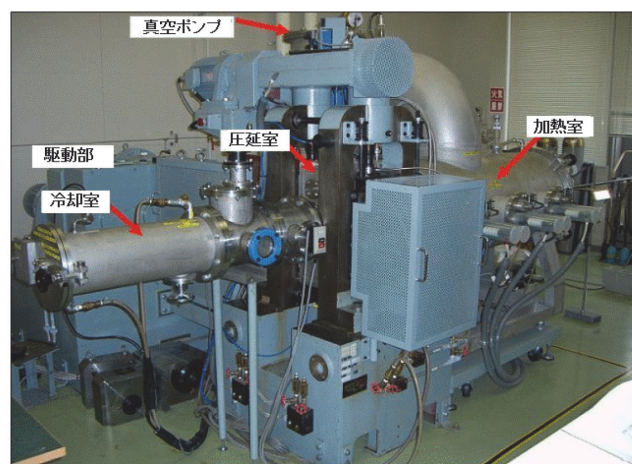


図1 真空熱間圧延機外観

表1 真空熱間圧延機の主要諸元

圧延機形式	2 段, $\phi 165 \times 150^L$
ロール材質	冷間圧延: SUJ-2
	熱間圧延: SKD61 SiAlON (セラミックロール)
圧延速度	最大 $10 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$
真空度	最高 10^{-5} Torr (高真空域)
加熱温度	最高 1100°C
圧延荷重	最大 390 kN
圧延機能	異周速圧延: ツインドライブ
	クロス圧延: クロス角最大 $\pm 2^\circ$
	カリバーロール圧延
	4 段・クラスター圧延
鍛造機能	据込み鍛造

圧延室、冷却室から構成されており、圧延室（ハウジング）内には圧延ロールのうち、実際に圧延加工に供する部分（ロールバレル部）のみを配置し、モーターからロールに繋がる駆動系（ユニバーサル・シャフト）、ロール軸受部（ロールチョック）、圧下装置は大気中に移行している。これにより軸受潤滑剤の蒸発による圧延室内の汚染が防止でき、同時に鋳物製ハウジング構造物からの不純物ガスの発生を抑制することができる。また真空引きを行なう容積がこの構造であるため小さく、高真空雰囲気を効果的に維持することが可能である。

この真空圧延機の主な特徴を列举すると、

- (1) 幅50×厚13×長さ300mm程度のものが圧延可能である。
- (2) 冷間、温間、熱間の各温度雰囲気を保持することができ、特に熱間領域では、カンタルを使用したヒーターにより、最高1100℃の材料加熱が可能である。
- (3) 圧延室上下に設置してあるロールヒーターにより、圧延室内でロール表面を加熱することができる。
- (4) ロータリーポンプ（油回転ポンプ）、油拡散ポンプを併用することにより、高真空域である 10^{-5} Torr の高真空度を達成し、加熱室、圧延室、冷却室を含めて高い真空状態を維持することができ、無酸化雰囲気での圧延が可能となる。
- (5) ツインドライブ構造で、上下ロール間の異周速圧延が可能であり、高荷重・難加工材料や非対象の複合材料の圧延に対応できる。
- (6) ロール、ロールチョックに組み換えで、カリバーロール圧延、クロスロール圧延、小径ワークロール4段圧延機として使用できる。

など、高い機能性を有しており、多様な材料への適用が可能である。

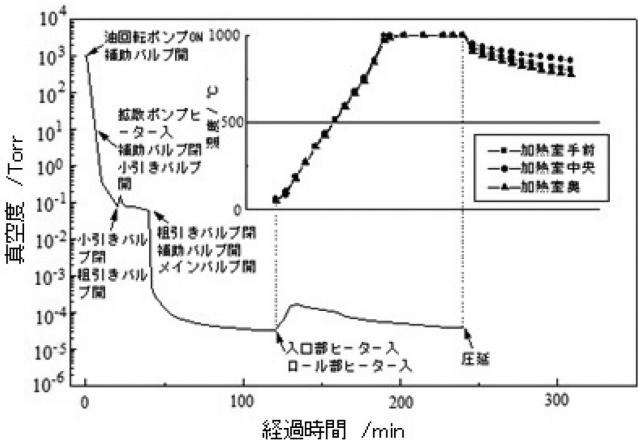


図2 真空熱間圧延機の真空度と温度の推移

2.2 真空熱間圧延機の基本特性

図2に炉内雰囲気加熱温度1000℃の場合における真空度の推移を示す。油回転ポンプだけでは、 10^{-2} Torr 台までの真空引きとなるが、拡散ポンプを併用することにより 10^{-5} Torr 台にまで達する。その後、真空加熱炉内加熱（設定：1時間で1000℃に昇温、保持1時間）を開始すると、炉内外壁部からガスなどが放出し、真空度が一度 10^{-4} Torr 台まで低下するが真空引きは同時に継続しており、再び 10^{-5} Torr 台に到達する。また、昇温・保持後圧延を行った材料の冷却については、自然冷却による炉冷、不活性ガス雰囲気での急冷も可能としている。

3 真空熱間圧延機による圧延特性

3.1 実用金属材料の真空圧延特性

真空圧延特性の解明を目的に純アルミニウム（A1050P）、Al-Mg系合金（5000系）の真空冷間・温間圧延および純チタン（TP340C）、純銅（C1100P）、そしてフェライト系ステンレス鋼（SUS430）の真空冷間圧延を行い、それらの圧延荷重特性の評価を行った結果について述べる。

供試材および寸法を表2³⁾に示す。また、薄板からJIS5号試験片を切り出し、ひずみ速度 $1.67 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ で圧延－引張試験を行った。それぞれの応力－ひずみ線図を図3³⁾に示す。

TP340CおよびSUS430は他の材料と比べて非常に高い応力を示すことがわかる。

真空冷間圧延試験条件を表3³⁾に示す。

図4³⁾に圧延荷重測定結果を示す。無潤滑での真空冷間圧延において真空度が高くなるにつれ圧延荷重が増加する傾向にあることがわかる。また、低下率での各真空度における荷重の差は少ないが、低下率の上昇に伴いその差は顕著になる。TP340Cにおいては他材のような真空度の違いによる圧延荷重の大きな変化は見られないが、 10^2 Torr 、 10^{-1} Torr の低

表2 供試材および寸法

供試材	厚み / mm	幅 / mm	長さ / mm
A1050P	0.8	50	500
Al-Mg 系合金	0.8 2.0	50	300 250
TP340C	2.0	50	250
C1100P	2.0	50	250
SUS430	1.9	50	250

表3 真空冷間圧延条件

圧延機形式		2 段
ロール	材質	SUJ-2
	直径 / mm	165
	表面粗さ Ra / μm	0.2
圧延速度		/ $\text{m} \cdot \text{min}^{-1}$ 1.2
真空度		/ Torr $10^2 \sim 10^{-5}$
潤滑		無潤滑

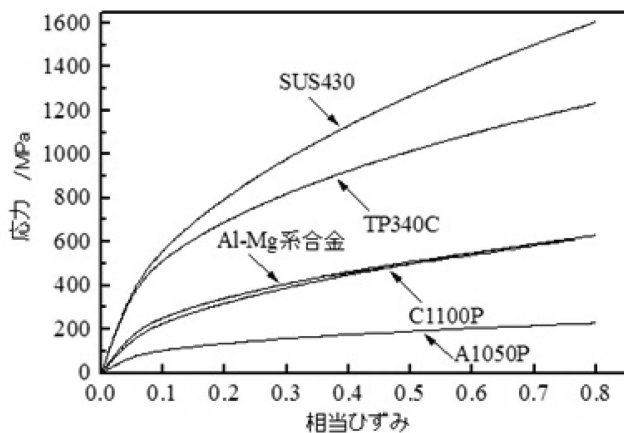


図3 供試材の応力-ひずみ線図

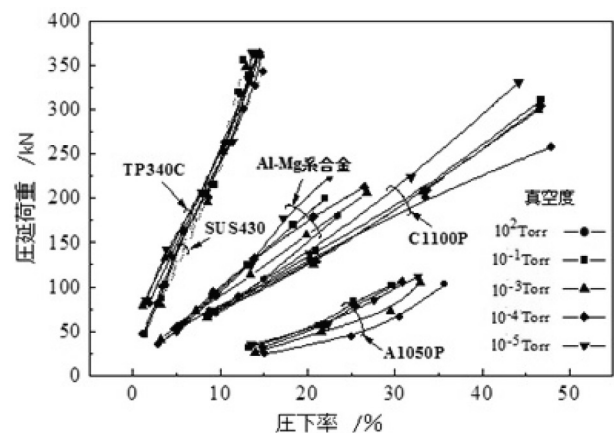


図4 真空冷間圧延実験による荷重測定結果

い真空域に比べて 10^{-3}Torr 以上の高い真空域での圧延荷重が高い傾向にある。さらに、TP340CおよびSUS430がA1050P、C1100Pに比較して非常に加工硬化が大きいことがわかる。真空雰囲気下における圧延荷重が増加する要因として、圧延後のロール表面の観察結果から確認された圧延材のロール表面への凝着が、真空雰囲気の方が高くなるため、摩擦係数が大きくなり、その結果圧延荷重が大きくなると考えられる。そしてその凝着の度合は真空度が高くなるにつれて大きくなると考えられるので、圧延荷重も高くなると考えられる。同時に圧延後の表面光沢度を測定すると、大気中よりも真空中での圧延後の表面光沢度は低下する傾向にあった。真空雰囲気でのロール凝着の影響が大きくなったものと推察される。

3.2 真空圧延によるクラッド材の製造

クラッド材は2種以上の金属またはプラスチックやセラミックスを重ねあわせてそれぞれの素材のもつ特性を兼ねあわせた材料であり、他の金属系複合材料に比較して工業材料としての地位が確立されている。クラッド材はベースとなる母材（ここでは、B材と呼称する）と所望する機能を有する合せ材（ここでは、A材と呼称する）を組み合わせ、「A/B

クラッド材」のように呼ぶことが多い。特に母材に炭素鋼を使用した場合は、「Aクラッド鋼」と呼ばれる。工業的用途では、例えば、銅合金/鋼/ステンレス鋼の3層クラッド材はその耐食性を利用して各種工業装置に、銅/ステンレス鋼の2層クラッド材は導電性を利用して海洋機器や化学装置用のクラッド電極に用いられている。最も基本的な耐食性と強度との組み合わせ以外に靱性、物理的特性、耐摩耗性などの各種特性の複合化が可能となっている。クラッド材の製造には、圧延法、爆着法などがあり、それぞれに特徴があるが、異種金属の接合面である接合界面の平坦度、適用寸法範囲の広さから筆者は圧延法を研究対象とした。

ここで、クラッド材の実用上の指針として、接合界面の接合強度について述べる。JIS G 0601には接合強度評価法としてせん断試験法が規定されているが、筆者は、せん断試験法に加えてはく離試験法でも接合強度の評価を試みた。いずれの方法においても、接合界面で急速破壊を生じさせることが可能な試験装置および試験片形状を提案し評価を行った⁴⁾。このとき、強度評価を行うとともに、接合界面の状態も併せて観察したが、圧延法によって製造されたサンプルの接合界面には構成金属の拡散反応による金属間化合物の生成が確認で

表4 真空熱間圧延によるチタンクラッド鋼の構成材料および化学成分

	(wt%)									
	C	Si	Mn	P	S	N	O	H	Fe	Ti
合せ材：TP340H	0.008	—	—	—	—	0.010	0.131	0.0054	0.004	Bal.
母材：SS400	0.118	0.007	0.366	0.014	0.003	0.0026	—	—	Bal.	

表5 真空熱間圧延条件

加熱温度	/℃	700～1000
圧下率	/%	10～30（1パス）
圧延速度	/m・min ⁻¹	1.78
ロールサイズ	/mm	φ165×150 ^L
真空度	/Torr	10 ⁻⁵

きた。接合強度向上には、接合界面を清浄に保つこと、すなわち金属間化合物の生成を如何に抑制するかが重要であり、真空圧延機の雰囲気制御にその可能性を見出す。

以降、種々のクラッド材の組み合わせで試作を行った事例を紹介する。

3.2.1 チタンクラッド鋼

合せ材にチタン、母材に炭素鋼を使用した組み合わせは加工性と耐食性を兼備しており、海洋構造物、化学容器用として用いられることが期待される。素材の組み合わせと化学成分を表4⁵⁾、圧延条件を表5⁵⁾に示す。

図5⁵⁾にせん断試験により接合界面の接合強度を評価した結果を示す。図中に比較のため、大気中での熱間圧延により試作したチタンクラッド鋼の測定例も示す。中間材使用は、圧延前に母材と合せ材の接合面にそれぞれCuシート、極低炭素鋼板 (SULC) シートを挟み込み、その後熱間圧延により接合を行ったものである。なお、真空熱間圧延では中間材は使用していない。併せて、図中に真空熱間圧延で、加熱温度800℃-圧下率30%の条件で作製したサンプルの接合界面近傍の組織観察写真を示す。

これより、真空熱間圧延では、加熱温度700℃の条件ではいずれの圧下率でも接合はできなかったが、900℃では、20%の圧下率でJIS既定の接合強度を上回る結果となった。特に950℃以上の領域では10%の低圧下率であっても、JIS規定値を大幅に上回る接合強度を有していることがわかる。熱間領域ではクラッド化のために組み合わせられた素材の接合界面での拡散反応により金属間化合物の生成が懸念され、この脆弱な金属間化合物が接合強度低下の原因となる。CuおよびSULC中間材の使用は、金属間化合物の生成を制御し、

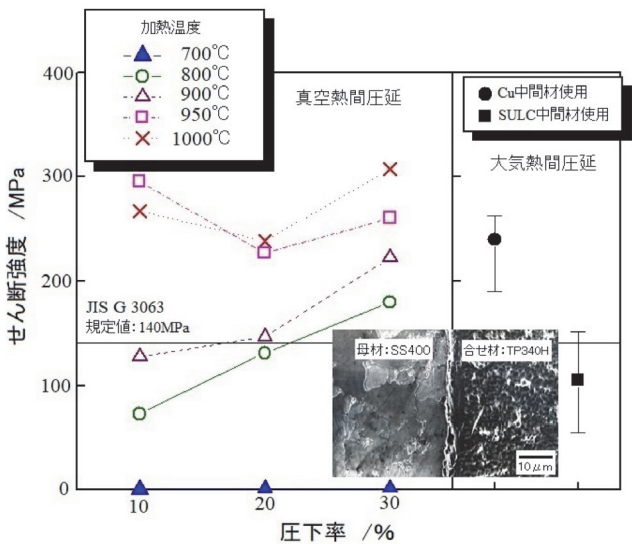


図5 真空熱間圧延によるチタンクラッド鋼の接合強度評価 (図中組織観察写真：加熱温度800℃-圧下率30%の条件)

接合強度向上を目指したものであるが、SULC中間材使用はJIS既定の強度を下回っている。Cu中間材を使用した場合、JIS既定の強度を上回っているが、清浄な接合界面であるか調査を行った。X線回折によりそれぞれの接合界面に生成していると推定される金属間化合物を含めて詳細分析を行った。以下に分析により検出された組成を列挙する。

- (1) SULC中間材使用サンプル：FeTi, TiC
- (2) Cu中間材使用サンプル：Cu₃Ti, Cu₄Ti, Cu₄Ti₃, Cu₃Ti₂
- (3) 真空熱間圧延サンプル：Fe₂Ti, TiC (加熱温度950℃-圧下率30%で微量)

※800℃以下では検出されず。

クラッド鋼の接合強度への影響因子は、接合界面の形状と反応層と推察している。本実験では圧延法であるため、接合界面の形状は平坦である。一方で反応層については微量に検出されるものの大気中での熱間圧延と比較すると清浄な接合が成されていると判断できる。加えて、10%程度の低圧下率であっても、大気熱間圧延で高強度を示したCu中間材使用サンプルを上回る結果は真空雰囲気の効果が大きいと言える。低圧下率で接合可能であることの利点として、クラッド材の圧延では、上下ロールに接する材料が異なるため非対称圧延となり、圧延後の反り発生による形状平坦度悪化が問題

表6 高機能性クラッド材の構成素材

合せ材	TP340C	C1100P	C1100P
母材	C1100P	SUS304	SS400

表7 高機能性クラッド材の真空熱間圧延条件

ロール寸法 /mm	$\phi 165 \times 150^L$
ロール材質	SKD61
真空度 /Torr	10^{-5}
加熱温度 /°C	700, 750, 800, 900
保持時間 /h	1
圧下率 /%	10, 20, 30
圧延速度 /m・min ⁻¹	1.79

ともなる。低下率での圧延は圧延後の反り抑制効果もある。

3.2.2 種々の素材の組み合わせでのクラッド材

前述のチタンクラッド鋼は、加工性と耐食性を兼備する組み合わせであるが、さらに真空熱間圧延によって高機能発現を目的とした組み合わせで試作を行った。実験材料の組み合わせを表6⁶⁾に示す。また、真空熱間圧延における圧延条件を表7⁶⁾に示す。せん断試験による接合強度評価の例として、銅クラッド鋼の例を図6⁶⁾に示す。

これより全条件でJIS規定値を大幅に上回っていることがわかる。また、どの温度状態においても、低下率10%の低下率で高接合強度に達していることがわかる。接合界面分析により、各サンプルにおいて構成元素の相互拡散が見られ、低下率の上昇とともに拡散幅が拡大していた。真空熱間圧延により金属の新生面が出現しやすくなり、金属拡散が起こりやすい状態となり、低下率でも接合強度の向上につながると考えられる。

4 真空圧延への期待

真空熱間圧延機を利用した雰囲気制御を行い、真空圧延特性、機能性材料である各種クラッド材の試作に関する研究の一端を紹介した。大気中での圧延に比較して、被圧延材とロールの凝着の増加による表面性状変化、クラッド材の試作

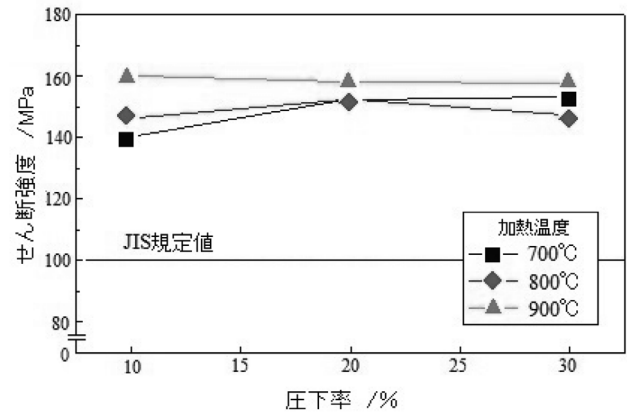


図6 真空熱間圧延による銅クラッド鋼の接合強度評価

においては、非酸化雰囲気での新生面発現による低下率での高接合界面強度化といった製品創製に対しての影響を確認した。真空圧延は初期導入の設備投資が大きく、即座に実機生産ラインへの応用は困難かもしれない。しかし、大気中の圧延では得られない効果を有することも事実である。本報で紹介したクラッド材製造においては、接合界面を清浄に保ちつつ低下率で接合可能、種々の金属材料の組み合わせへの展開、圧延後形状精度の向上など有益な点も多い。コストのバランスを図りながら真空圧延技術がますます利用されることに期待しており、筆者もその一役を担えればと思っている。

参考文献

- 1) 本村貢：鉄と銅，72 (1986) 1, 14.
- 2) A.V.Krupin：Foreign Technology Division, (1967), MT-24-197-67.
- 3) 川並高雄，瀬川明夫，小幡智和，田上宏岳：第51回塑性加工連合講演会講演論文集，(2000)，491.
- 4) 瀬川明夫，細谷哲明，青木 理，川並高雄：塑性と加工，36 (1995) 418, 1263.
- 5) A. Segawa：The Chinese Society for Metals Asia Steel Int. Conf. -2000 (ASIA STEEL'2000)，(2000)，274.
- 6) 川並高雄，瀬川明夫，金井泰成，田上宏岳：平成14年度塑性加工春季講演会講演論文集，(2002)，317.

(2021年9月1日受付)