研究論文

アルミニウム条の冷間圧延における油焼付き性の予知

小倉 茂稔*

Prediction of oil staining for cold rolled aluminum sheets

Shigetoshi OGURA*

A new method has been developed for predicting oil staining in the annealing process for aluminum cold rolled sheets. A steam stripping method is applied in this predicting method to determine the amount of contaminants. The amount of existing gum, residue recovered by steam stripping, has good correlation to the staining tendency of contaminated rolling oils. This gum is mainly composed of heavy oil having molecular weight more than 740 on HPLC. This analytical method is useful to daily routine maintenance of rolling oils. It ensures accurate measurement and easy operation without expensive equipment. The critical values of contaminants for production mills varies in accordance with the operating condition of rolling mills and strip materials. The critical content of contaminants of existent gum varies between 0.4 and 0.7%.

Keywords: Oil stain, Steam stripping, Cold rolling, Annealing, Contaminants, Aluminum sheets

(Received February 4, 1987)

1. 緒 言

アルミニウム条の冷間圧延では生産能率の向上と同時に表面欠陥の少ない製品を得ることが重要な課題である。

種々の表面欠陥¹⁾の中で冷間圧延工程の焼鈍時に発生する汚れは油焼付きと呼ばれ、機械の故障や誤操作により圧延油中に混入したギヤ油のような重質の潤滑油が原因となることが多く、これらの重質油は HPLC (高速液相クロマトグラフィー) で測定できることが報告されている^{2),3)}。

このような重質油はその種類により油焼付きに与える影響が異なり、また明らかな機械の故障がなくとも漏れなどにより少しずつ圧延油中に混入し、蓄積されることが多いため、圧延油中の重質油分の量と質を日常的に管理して油焼付きの発生を予知することが必要であり、このためには簡便でかつ精度のよい試験方法が必要である。

本報では、この目的に沿った方法としてスチームストリッピングにより圧延油中の混入重質油分を定量する方法を検討し、実操業における圧延油の管理に適用した結

果を報告する。

2. 実験方法

2.1 スチームストリッピング

ガソリンおよび航空燃料油実在ガム試験 (JIS K 2261) に準拠した試験方法により重質油分の定量を行った。

試験方法は、Fig. 1 に示した装置を用い、試料油 30

Fig. 1 Schematic illustration of steam stripping apparatus.

* 日本石油(株)中央技術研究所 (横浜市)。Nippon Oil Co., Ltd., Central Technical Research Laboratory. (Yokohama).

gを高温に保ちながら高温の水蒸気を吹込んで軽質油分をストリッピングし、残留物（実在ガム）を秤量するものである。

ストリッピング条件を種々変えて試験した結果、実際の圧延現場における油焼付きと対応する試験条件として水蒸気および試料油の温度を250℃、水蒸気の吹込み条件を流速 $1\text{ l}\cdot\text{s}^{-1}$ 、吹込み時間 30 min と決定した。

2.2 HPLC（高速液相クロマトグラフィー）

Table 1 に示した装置および条件で測定した。

2.3 Can Test

アルミニウム冷間圧延油の油焼付き性試験方法として用いられる Can Test 法⁴⁾を用いた。試験の概要は Fig. 2 に示したアルミニウム缶（直径 75 mm、深さ 14 mm、材質 A1050-H14 材）に一定量（0.1 ml または 0.2 ml）の試料油を入れ、小孔を有する蓋をして大気雰囲気下の電気炉中で加熱した後缶内部の油焼付きによる汚れ度合を目視により判定するものである。

加熱条件は室温から350℃まで150 min かけて昇温した後その温度で60 min 間保ってから電気炉より取り出して放冷した。

判定は0から7までの8段階判定とし、数値の大きいものほど油焼付き性大とした。

Table 1 Testing conditions of HPLC

column	G300H8 & G2000H8 (Toyo Soda Co., Ltd.)
solvent	THF
temperature	23℃
detector	RI (Waters Co., Ltd. Model R401) UV: 254 nm (Waters Co., Ltd. Model 440)

Fig. 2 Can and its cover for oil staining test (Can test).

2.4 試料油

圧延油の新油および実機での使用油のほか圧延機に使用されている操作用の各種潤滑油を用いた。これらの性状を Fig. 3、Table 2 に示した。

3. 結 果

3.1 油焼付き原因物質の分析

油焼付きを発生したアルミニウム条（A1200）の表面分析とその時の圧延油使用油の分析により油焼付きの原因物質を調べた。

アルミニウム条の表面を EPMA（電子線マイクロアナライザ）で分析した結果を Table 3 に示した。油焼付きによる変色部分は正常部分に比べて C, O, P, S, Ca 等の元素濃度が高いことからギヤ油、ミスト油、グリス等重質の潤滑油またはその変質物の存在が推定される。

一方、圧延油は使用期間の経過とともに Fig. 3 に示

Table 2 Kinematic viscosity of heavy lubricants tested and amount of existent gum obtained by steam stripping method

lubricant	kinematic viscosity cSt @ 40℃	existent gum* %
gear oil A	372.4	0.84
gear oil B	463.5	0.95
mist oil C	369.7	0.90
mist oil D	71.65	0.26
mist oil E**	380.6	0.46
hydraulic oil F	49.76	0.02
spindle oil G	6.95	0.00

* Recovered from rolling oil blended with 1% of each lubricant.

** Low-stain type

Fig. 3 Variation of boiling point and kinematic viscosity of used rolling oil.

Table 3 Analysis of aluminum-sheet surface by EPMA

Element*	X-ray strength, cps				
	C	O	P	S	Ca
Stained part	5000	2000	400	300	200
Normal part	100	100	10	10	10

* Elements of sheet material is neglected.

したように性状が変化し、軽質分が減少し重質分が増加する傾向が認められた。

また、油焼付きの発生により更油する直前の使用油と新油について蒸留試験における95%留出時の釜残油をHPLCで分析した結果、Fig. 4に示したように、使用油中には新油中には存在しない重質分の存在が認められた。圧延スタンドで使用されている潤滑油を圧延油に添加したものについて同じ条件で分析した結果、使用油中の重質分に近いのはギヤ油Aおよびミスト油Cであり、これらの混入が油焼付きの原因と考えられる。

なお、その後の調査の結果、潤滑油の消費量と圧延油中重質分の増加割合からミスト油Cの混入を確認した。

3.2 スチームストリッピング

3.2.1 混入重質油分の回収

Fig. 4 Analysis of heavy lubricants in used rolling oil by HPLC (Refractive Index).

圧延油の新油にTable 2で示した各種潤滑油を1%添加したものについてスチームストリッピングにより得た実在ガムの量をTable 2に示した。

400 cSt @ 40°Cクラスの高粘度油の場合は90%近くが実在ガムとして回収されるのに対して、低粘度の作動油やスピンドル油では回収量が30%以下になった。また、油焼付き防止形のミスト油Eでは同粘度グレードの通常のミスト油に比べて回収量は約2/3であった。

Fig. 5はミスト油Dを添加した圧延油から回収した実在ガムとミスト油Dの赤外吸収スペクトルを比較したものである。両者はほとんど同じ吸収を示しており、実在ガムは重質油分が酸化などの化学変化をほとんど受けずに回収されたものであることがわかった。なお、図中に併記したように実在ガムのほうがミスト油Dに比べてSおよびPの量が少ないのは、これらの元素を含む添加剤が基油よりも軽質なためストリッピングにより一部除去されたためと考えられる。

Fig. 6はミスト油Cおよびミスト油Dをそれぞれ圧延油に添加したものと、これらの潤滑油を添加した圧延油から回収した実在ガムを再度圧延油に添加したものについてHPLCで比較したものである。この図から明らかに、実在ガムは潤滑油の成分中で比較的軽質の部分が除去されて重質の部分だけが選択的に回収されたものであることがわかった。

3.2.2 油焼付き性との関係

圧延油を長期間使用した場合の油焼付き性の変化につ

Fig. 5 IR spectrum of Mist oil D and existent gum recovered from rolling oil contaminated by Mist oil D.

Fig. 6 Liquid chromatogram of heavy lubricants and existent gums recovered from rolling oil contaminated by those lubricants.

Fig. 7 Variation of oil staining tendency of used rolling oil.

いて Can Test により追跡した結果を Fig. 7 に、同じ試料油について求めた實在ガム量の変化を Fig. 8 に示した。また、Can Test による判定と實在ガム量の関係を Fig. 9 に示した（ただし、Fig. 9 では圧延油使用油のほか Table 2 に示した試料油について試験した結果も加えてある）。

両者は比較的良好に対応しており、實在ガム量によって油焼付き性が判定可能と考えられる。また、實在ガム量は Can Test による判定に比べて変動が少なく、油焼付きが重質油分量に対応するものとすれば、スチームストリップング法は油焼付き性の試験方法としては Can Test よりも精度のよい試験方法といえる。

一方、Fig. 9 に示した結果からも明らかなように、圧延油への混入量が同じであっても潤滑油の種類によっては油焼付きに対する影響の度合いが異なり、實在ガム量が

Fig. 8 Variation of existent gum content in used rolling oil.

Fig. 9 Relation between oil staining tendency and amount of existent gum.

多くなるような潤滑油ほど油焼付きを生じやすいことがわかった。

3.2.3 HPLC による定量値との比較

油焼付き性と實在ガム量との比較に使用したものと同一試料油を用いて實在ガム量と HPLC による重質分定量値との比較を行った。HPLC による定量方法としては、最も重質なギヤ油 B の添加量を変えたものについて Fig. 10 に示したように溶出時間 33 min 以下（ポリスチレン相当分子量 740 以上）の部分における UV 吸光度の積分値を求めて検量線を作った。この結果、HPLC による重質分量と實在ガム量とは Fig. 11 に示すような非常に良好な相関を示すことがわかった。

以上の結果から、油焼付きの原因となる重質油分の定量方法としてスチームストリップング法は、簡単な装置で手軽に試験できるにもかかわらず HPLC と同程度の

Fig. 10 Quantitative analysis of heavy lubricants by HPLC.

Fig. 11 Relation between amount of heavy lubricant measured by HPLC and that by steam stripping method.

精度を有し、また重質油分をほとんど変質せずに回収できる点で、圧延油を日常管理し油焼付きを予知するのに適しているといえる。また、油焼付きの原因となる物質は分子量がポリスチレン相当で740以上の重質油分が主体と考えられる。

3.3 圧延油使用油の管理

生産ラインで使用している圧延油中の重質油分濃度をスチームストリッピング法により管理した例を Fig. 8, Fig. 12 および Fig. 13 に示した。

Fig. 8 に示した例では油焼付きの発生する限界が実在ガム量0.4%で、圧延油の更油間隔は12か月である。

Fig. 12 に示した例では実在ガム量0.7%が圧延油の使

Fig. 12 Variation of existent gum content in used rolling oil.

Fig. 13 Variation of existent gum content in used rolling oil.

用限界である。この場合は混入する重質油分の大半がミストオイルであり、はじめミストオイルCを使用していたときは圧延油の更油間隔が約20か月だったものがミストオイルを軽質のD油に変更することにより更油間隔が約50か月に延長されたことを示している。

Fig. 13 に示した例では実在ガム量0.6%が使用限界である。この場合は混入する重質の潤滑油が多いため圧延油の更油および大量補給が頻繁に行われている。

このように、重質油分の混入量やその許容限界は圧延スタンドの運転条件や製品の種類で異なるため、個々のスタンド毎に圧延油中の重質油分を頻繁に測定することが必要である。このような使用油の管理方法として、本報で示したスチームストリッピング法は有効な手段であ

るといえる。

4. 結 言

アルミニウム条の冷間圧延工程で焼鈍時に発生する油焼付きの原因となる重質潤滑油を分析し、その混入量を日常管理する簡便な試験方法として、スチームストリッピング法の適用を検討した結果つぎの結論を得た。

(1) スチームストリッピング法は装置および試験方法が簡単で精度がよく、重質油分の定量方法として優れている。

(2) 本報で得られる実在ガム（残留物）の量は油焼付き性とよく対応する。

(3) 実在ガムは、大部分が分子量740以上の重質油分が化学変化をほとんど受けずに回収されたものである。

また、生産ラインで使用されている圧延油中の混入重質油分の管理を本法を用いて行った結果、油焼付きを発生させないための重質油分量の許容限界は圧延スタンドの運転条件や製品の種類により異なることがわかった。

参 考 文 献

- 1) 軽金属学会研究委員会金属加工部会編：アルミニウムおよびアルミニウム合金の表面欠陥分類，(1980)。
- 2) B. L. Riddle, E. R. Price and T. E. Kirk: *Lub. Eng.*, **41** (1980), 146.
- 3) B. Sprissler and F. E. Lockwood: *J. of Chromatography*, **319** (1985), 222.
- 4) R. D. Guminski: *J. of Inst. Metals*, **88** (1959), 2181.